

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Studium elektrické vodivosti polyanilinu a jeho nanokompozitu
s montmorillonitem

Study of the electrical conductivity of polyaniline and its
nanocomposite with montmorillonite

Jméno autora: Bc. Markéta Davidová

Rok odevzdání: 2021

Na tomto místě bych především chtěla poděkovat své vedoucí práce doc. Ing. Lence Kulháňkové, Ph.D. za její vstřícnost, trpělivost, cenné rady a čas, který mi věnovala při zpracovávání této práce. Mé poděkování patří také doc. Ing. Vlastimilu Matějkovi, Ph.D. a Mgr. Pavlíně Peikertové, Ph.D. za spolupráci při získávání a zpracovávání výsledků. V neposlední řadě bych chtěla poděkovat doc. Ing. Jonáši Tokarskému, Ph.D. za rady při provádění experimentu a finální korekci textu.

Abstrakt

Tato diplomová práce se zabývá přípravou elektricky vodivého polymeru polyanilinu a jeho nanokompozitů s fylosilikátem montmorillonitem v polárním a nepolárním reakčním prostředí.

Práce je rozdělena do dvou částí – teoretické a experimentální. Teoretická část se zabývá vodivými polymery s podrobnějším zaměřením na polyanilin, další části jsou pak věnovány fylosilikátům a nanokompozitům. V experimentální části jsou podrobně popsány přípravy všech vzorků jak v práškové podobě, tak tablet vzniklých jejich slisováním. U všech připravených vzorků byla studována elektrická vodivost, která byla dána do souvislosti s výsledky těchto použitých analytických metod: rentgenové difrakční analýzy, infračervené a Ramanovy spektroskopie.

Klíčová slova

vodivé polymery, polyanilin, montmorillonit, nanokompozit, elektrická vodivost

Abstract

This diploma thesis deals with preparation of the electrically conductive polymer polyaniline and his nanocomposites with phyllosilicate montmorillonite in polar and nonpolar reaction medium.

The thesis is divided into two parts – theoretical and experimental. The theoretical part deals with conductive polymers with detailed focus on polyaniline. Further there are chapters devoted to phyllosilicates and also nanocomposites.

In the experimental part preparation of all powder samples and their compression into tablets are described. Also the electrical conductivity of all prepared samples was studied. The results of the electrical conductivity were then related to the results of the following methods: X-ray diffraction analysis, infrared and Raman spectroscopy.

Keywords

conductive polymers, polyaniline, montmorillonite, nanocomposite, electrical conductivity

OBSAH

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ	- 6 -
1 ÚVOD	- 7 -
2 TEORETICKÁ ČÁST	- 8 -
2.1 CO TO JSOU POLYMERY?	- 8 -
2.1.1 Charakteristika vodivých polymerů.....	- 8 -
2.1.2 Aplikace vodivých polymerů	- 11 -
2.2 JÍLOVÉ MINERÁLY	- 12 -
2.3 FYLOSILIKÁTY A JEJICH STRUKTURA	- 12 -
2.3.1 Skupina kaolinitu	- 13 -
2.3.2 Skupina smektitu.....	- 14 -
2.4 NANOKOMPOZITY	- 16 -
2.4.1 Nanokompozity s polymerní matricí	- 16 -
2.4.2 Polymerní nanokompozit plněný jílem	- 16 -
2.4.3 Příprava polymerního nanokompozitu	- 18 -
2.4.4 Využití polymerních nanokompozitů.....	- 19 -
2.5 PRINCIPY METOD POUŽITÝCH K CHARAKTERIZACI VZORKŮ	- 20 -
2.5.1 Rentgenová difrakční analýza	- 20 -
2.5.2 Infračervená spektroskopie.....	- 20 -
2.5.3 Ramanova spektroskopie.....	- 21 -
2.6 VÝPOČTY Z NAMĚŘENÝCH DAT.....	- 22 -
2.6.1 Měrná elektrická vodivost	- 22 -
2.6.2 Anizotropie elektrické vodivosti.....	- 23 -
3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	- 24 -
3.1 CHEMIKÁLIE.....	- 24 -
3.2 PŘÍPRAVA VZORKŮ	- 24 -
3.2.1 Jednokroková metoda přípravy kompozitů	- 24 -
3.2.2 Dvoukroková metoda přípravy kompozitů.....	- 25 -
3.2.3 Příprava čistého polyanilinu	- 27 -
3.3 PŘÍPRAVA TABLET	- 29 -
3.4 MĚŘENÍ ELEKTRICKÉ VODIVOSTI PRÁŠKOVÝCH VZORKŮ.....	- 32 -

3.5 MĚŘENÍ ELEKTRICKÉ VODIVOSTI TABLET	- 32 -
3.6 CHARAKTERIZACE VZORKŮ.....	- 34 -
3.6.1 Rentgenová difrakční analýza	- 34 -
3.6.2 Infračervená spektroskopie	- 34 -
3.6.3 Ramanova spektroskopie	- 35 -
4 VÝSLEDKY	- 36 -
4.1 RENTGENOVÁ DIFRAKČNÍ ANALÝZA	- 36 -
4.2 INFRAČERVENÁ SPEKTROSKOPIE	- 44 -
4.3 RAMANOVA SPEKTROSKOPIE	- 49 -
4.4 ELEKTRICKÁ VODIVOST.....	- 52 -
4.5 ANIZOTROPIE ELEKTRICKÉ VODIVOSTI TABLET	- 55 -
5 ZÁVĚR	- 56 -
6 LITERATURA	- 58 -
7 SEZNAM OBRÁZKŮ	- 64 -
8 SEZNAM TABULEK	- 66 -

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ

<u>Symbol</u>	<u>Jednotka</u>	<u>Význam</u>
l	m	vzdálenost elektrod
G	S	elektrická vodivost
R	Ω	elektrický odpor
I	μA	elektrický proud
S	m^2	plocha průřezu vzorku
σ	S/m	měrná elektrická vodivost
α	-	anizotropní faktor

1 ÚVOD

Pod pojmem polymer si normální člověk pravděpodobně představí plastový výrobek, jako třeba láhev na pití nebo dětskou hračku. Existují ovšem polymery, které se od těchto běžných polymerů liší, a to jak vlastnostmi, tak použitím nebo strukturou. Jsou to elektricky vodivé polymery. Jak již vyplývá z názvu, tyto polymery mají schopnost vést elektrický proud. Nejvíce studovaným vodivým polymerem je polyanilin, který svými unikátními vlastnostmi předčí ostatní vodivé polymery, jako je polypyrrol nebo polyacetylen.

V posledních letech je předmětem mnoha studií polyanilin v kombinaci s fylosilikátem – polymerní nanokompozit. Nanokompozit vykazuje zlepšení řady vlastností, mezi kterými je také zvýšení elektrické vodivosti vyplývající z uspořádání polyanilinových řetězců v mezivrstvi fylosilikátu. Nanokompozity polymer/fylosilikát mají díky svým vlastnostem široký aplikační potenciál. Nacházejí využití v mnoha odvětvích, jako je automobilový či letecký průmysl, ale také v elektronice, potravinářství či medicíně.

Záměrem této práce byla příprava práškových vzorků čistého polyanilinu a jeho nanokompozitů s montmorillonitem v polárním a nepolárním reakčním prostředí. Dalším krokem bylo zjistit vliv tohoto reakčního prostředí jak na množství vzniklého polyanilinu v mezivrstvi montmorillonitu, tak na výslednou elektrickou vodivost vzorků. Posledním krokem byla charakterizace struktury všech připravených vzorků rentgenovou difrakční analýzou, infračervenou spektroskopií a Ramanovou spektroskopií.

2 TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Co to jsou polymery?

Pod pojmem polymery se ukrývají syntetické makromolekulární látky, které vznikly polymerací, polyadící nebo polykondenzací. Polymerační reakce jsou chemické reakce, u kterých se jako výchozí látky používají monomery. Při polymeračních reakcích dochází k řetězení těchto monomerů. Struktura polymeru je tedy dána dlouhým řetězcem sestávajícím z jednotek merů. Podle zastoupení atomů v polymerním řetězci lze polymery dělit na organické a anorganické. Pokud jsou v molekule polymeru převážně atomy uhlíku, vodíku a kyslíku, považujeme tento polymer za organický. Příkladem syntetických organických polymerů jsou: polystyren, polyethylen či polyethylentereftalát, tedy polymery všem dobře známé. V případě, že se v molekule polymeru objeví namísto atomu uhlíku atom křemíku či fosforu, řadíme tyto makromolekuly do skupiny anorganických polymerů. V této skupině nalezneme například polyfosfazeny či polysiloxany (známé pod pojmem silikon).

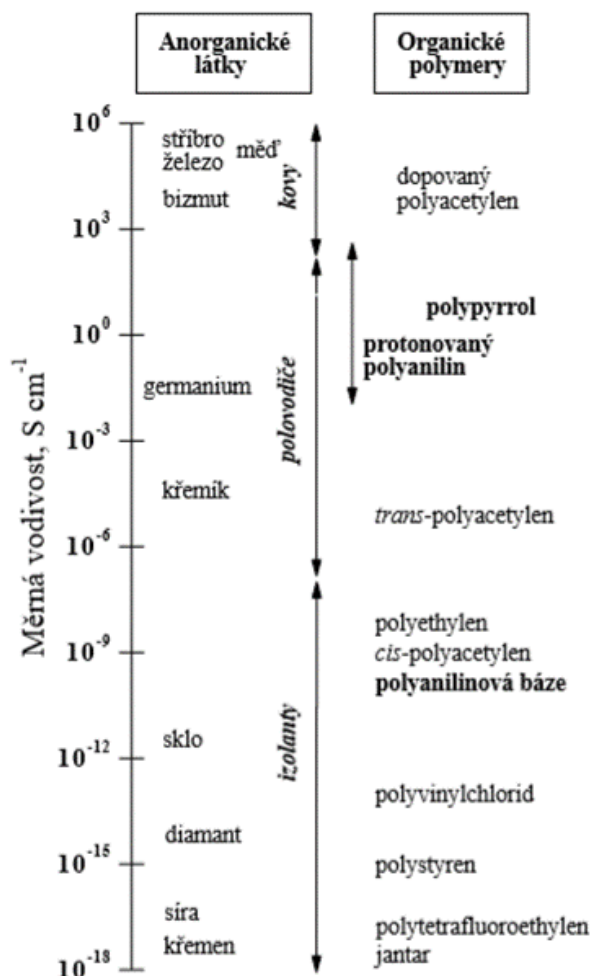
Zaměříme-li se na vlastnosti polymerů, konkrétně na elektrické vlastnosti, jsou polymery obecně známé jako velmi dobré izolanty, tedy nevedou elektrický proud. Existují ovšem druhy polymerů, které díky své struktuře jsou schopny vést elektrický proud – tzv. vodivé polymery. [1][2]

2.1.1 Charakteristika vodivých polymerů

Jak již vypovídá název, tyto polymery jsou specifické tím, že dokážou vést elektrický proud. Tato schopnost je dána unikátní strukturou polymeru, ve které se pravidelně střídají jednoduché a dvojné vazby, tzn. konjugované vazby. Vedle konjugovaných vazeb je důležitou podmínkou pro vodivost také přítomnost nositele náboje. Díky těmto nositelům náboje je možné transportovat náboj v řetězci. Nositele náboje získává polymer dopováním. Při dopování se do řetězce polymeru přidávají ionty (dopanty), jež mají opačný náboj než samotná kostra polymeru. Dopováním polymeru lze dosáhnout hodnot vodivosti v rozmezí $10^{-2} - 10^2 \frac{S}{cm}$. V porovnání s kovy, jako je měď, stříbro či železo, je hodnota vodivosti poměrně nízká. Ovšem při porovnání vodivých polymerů s běžnými polymery jsou rozdíly hodnot vodivosti znatelně vyšší (Obr. 1).

Nejstudovanějšími zástupci vodivých polymerů jsou polyanilin, polypyrrol nebo polyacetylen.[2][3]

Pro potřeby této práce bude podrobněji rozebrán pouze polyanilin.



Obr. 1 Elektrické vodivosti vybraných anorganických látek a organických polymerů; převzato z [2]

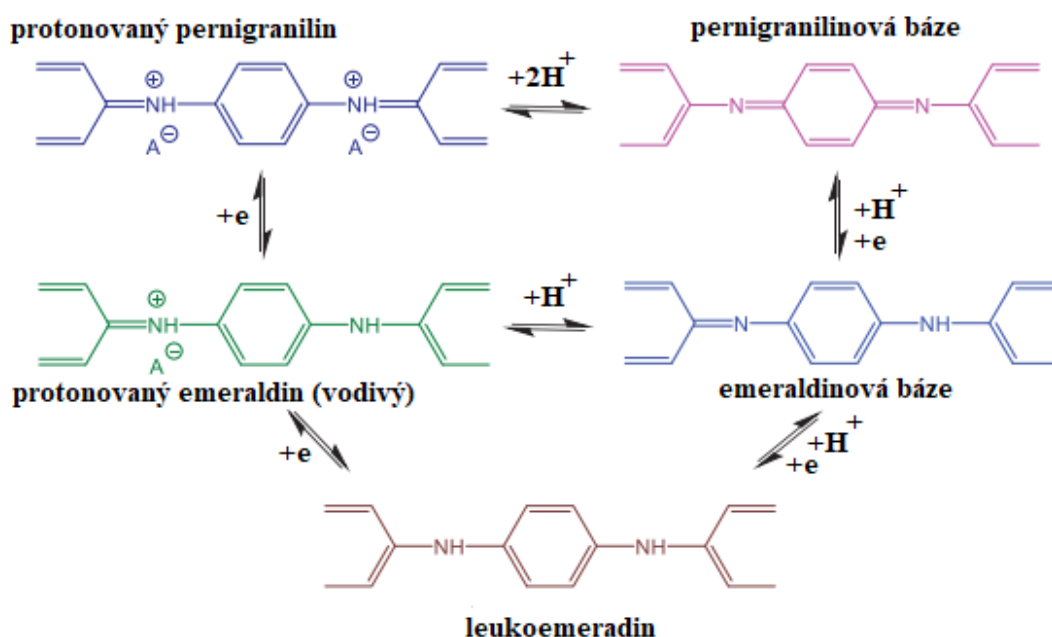
2.1.1.1 Polyanilin a jeho vlastnosti

Polyanilin (PANI) se řadí mezi typické vodivé polymery. Pro jeho stabilitu, elektrické a optické vlastnosti je tento polymer předmětem mnoha studií. Jednou z jeho výhod je také jednoduchá příprava ze snadno dostupných chemikálií.

Počátky PANI sahají do roku 1826, kdy byla čistě náhodou připravena látka, která je nezbytným základem pro přípravu samotného PANI – anilin. Následným zkoumáním vlastností anilinu bylo zjištěno, že oxidací anilinu lze získat prášek zeleného zbarvení. Dnes již víme, že tento prášek, byl vlastně historicky prvně připravený polyanilin, přesněji forma PANI, která vykazuje elektrickou vodivost – protonovaný emeraldin.[2][4]

2.1.1.2 Formy polyanilinu

V závislosti na stupni oxidace mohou vzniknout tři formy PANI – emeraldin, leukoemeraldin a pernigranilin. Tyto tři formy se navzájem liší, jak chemickými, elektrickými, tak optickými vlastnostmi. Nejběžnější formou je emeraldinová báze. Díky jejímu modrému zbarvení se využívá jako barvivo. Oxidací emeraldinové báze získáme pernigranilin, naopak redukcí emeraldinové báze získáme leukoemeraldin (Obr. 2). K přechodu mezi nevodivou emeraldinovou bází a vodivým protonovaným emeraldinem, dochází při pH 5–6. Při přípravě je tedy potřeba použít alkalickou látku. Tímto stoupne vodivost PANI o devět řádů.[2][4]



Obr. 2 Formy PANI, převzato z [4]

2.1.1.3 Struktura a příprava polyanilinu

Strukturu všech forem PANI tvoří anilinové konstituční jednotky. K přípravě PANI je tedy potřeba anilin. Roztok např. anilin hydrochloridu se smíchá s roztokem peroxodisíranu amonného. Ve směsi se nejprve začnou tvořit oligomery PANI, což lze pozorovat jako modré zbarvení směsi. V průběhu polymerace se barva mění na smaragdově zelenou, což potvrzuje vznik emeraldinové soli, a tedy konec polymerace. Výtěžek polymerace je zpravidla stoprocentní. Připravený PANI lze použít jako prášek, slisovat jej do tablety či vytvořit vrstvu PANI na povrchu skleněného substrátu (sklíčka). [2]

2.1.2 Aplikace vodivých polymerů

Ve vodivých polymerech jsou spojeny elektrické vlastnosti polovodičů s vlastnostmi polymerů. Přesto, že vodivé polymery jako PANI, se získává ve formě prášku, lze jej různě modifikovat. Těmito modifikacemi lze dosáhnout různých forem vodivých polymerů, jež lze dále upravovat, a poté aplikovat. [2]

Využití vodivých polymerů se uvažuje v superkondenzátorech či v LED diodách. Změna optických vlastností, či elektrické vodivosti může být využita v senzorech. Čidla v senzorech jsou založena na různých vodivých polymerech, přičemž každý vodivý polymer reaguje na různé chemické látky jinak. To lze využít k identifikaci chemických látek. Navrženy byly také potenciometrické senzory, které jsou schopny indikovat změnu pH. Výhoda těchto senzorů, oproti nejpoužívanější – skleněné elektrodě, je nízký odpor, snadná příprava a možnost miniaturizace.

Vodivé polymery se však nepoužívají jen pro své elektrické vlastnosti. Jednou z možností jejich využití je, použít je jako adsorbenty znečišťujících látek ve vodě, v tomto případě hraje hlavní roli struktura polymeru. Dalším příkladem, kdy nejsou důležité elektrické vlastnosti, je využití jako aditiv do recyklovaných plastů. V úvahu přichází také využití absorpčních schopností PANI, konkrétně jeho schopnost změny optické absorpce. Tohoto se využívá při vývoji speciální vojenské techniky, přesněji takzvaných maskovacích sítí, které zabraňují detekci této techniky. V tomto směru se mohou vodivé polymery uplatnit také při redukci elektrického vyzařování přístrojů. [2][3][5]

Také byl proveden výzkum vodivých polymerů jako součástí biomateriálů, za účelem využití elektrické stimulace na regeneraci živé tkáně. Výsledkem zkoumání bylo zjištění, že PANI a jeho deriváty mohou fungovat jako biokompatibilní substráty pro růst srdečních buněk. [6]

2.2 Jílové minerály

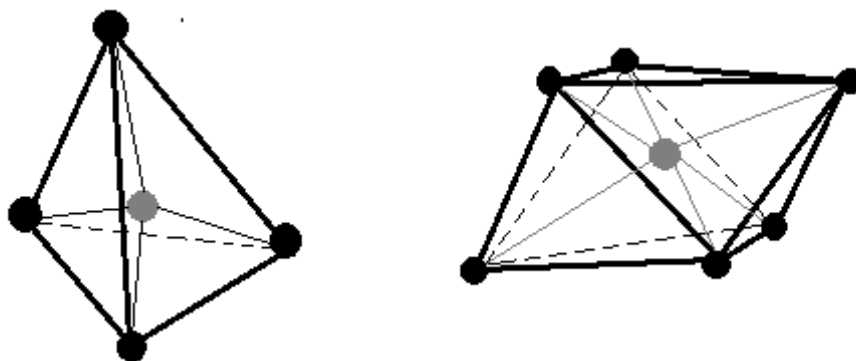
Zemská půda je obecně tvořena horninami a minerály. Skupina jílových minerálů se od ostatních minerálů, vyskytujících se v půdě, liší. Jejich odlišnost spočívá v přeměně struktury jiných minerálů, přičemž tento proces probíhá u povrchu Země, kde dané podmínky umožňují vznik hydratovaných jemnozrnných minerálů. Struktura těchto minerálů je převážně krystalická a vrstevnatá. Je zde ale také skupina, která je špatně krystalická až amorfni – amorfni jílové minerály. Tato skupina minerálů je klasifikována jako jílové minerály díky obsahu SiO_2 , Al_2O_3 a H_2O , což jsou složky pro jíly charakteristické.

Hlavní složku jílových minerálů tvoří fylosilikáty. [7] [8] [9] [10]

2.3 Fylosilikáty a jejich struktura

Fylosilikáty se jako součást jílových minerálů vyskytují hlavně v horninách staršího původu. Jsou také základními minerály v mladších sedimentech a půdách. [10]

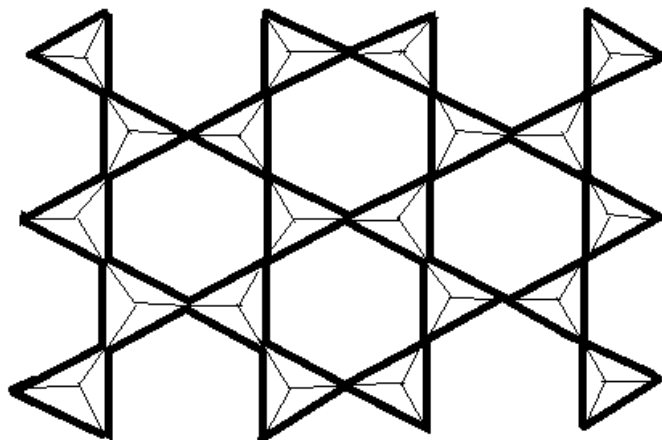
Krystalová struktura fylosilikátů je tvořena molekulami tetraedrů a oktaedrů (obr. 3). Centrálním atomem tetraedrů bývá nejčastěji Si^{4+} , Al^{3+} , F^{3+} nebo Ge^{4+} . Na centrální atom jsou zde navázány čtyři atomy kyslíku. V případě oktaedrů je centrálním atomem nejčastěji Al^{3+} , Fe^{3+} nebo Mg^{2+} . Zde jsou na centrální atom navázány OH skupiny. [9] [11] [12]



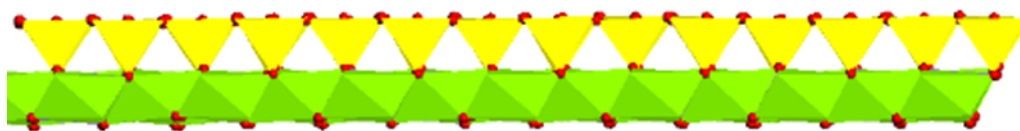
Obr. 3 Molekula tetraedru (vlevo) a oktaedru (vpravo)

Jednotlivé tetraedry se mezi sebou spojují třemi vrcholy a tvoří síť, která má ideálně hexagonální vzor (Obr. 4). Na tetraedrickou síť se pomocí apikálních kyslíků či hydroxylů, přimyká síť oktaedrická. Tímto spojováním vznikají vrstevní uspořádání typu 1:1 (obr. 5) a typu 2:1 (obr. 6). Tyto vrstvy mohou být uspořádány planárně (v rovině) nebo se různě stáčet. Podle obsazenosti oktaedrické sítě se podskupiny fylosilikátů dále dělí na dioktaedrické a trioktaedrické. V případě dioktaedrického charakteru je uvnitř oktaedrické skupiny trojmocný kationt, např. Al^{3+} či Fe^{3+} . V oktaedrické vrstvě jsou tedy obsazeny pouze dvě polohy ze tří.

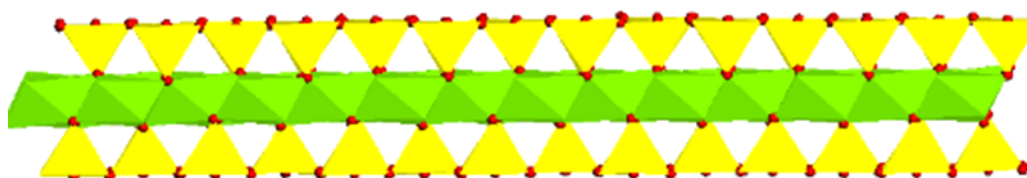
Trioktaedrická síť má všechny oktaedrické pozice obsazené dvojmocnými kationty, např. Mg^{2+} nebo Fe^{2+} . Do skupiny fylosilikátů se řadí např. minerály kaolinitu či smektitu. [9] [11]



Obr. 4 Hexagonální síť tvořená tetraedry



Obr. 5 Uspořádání vrstev typu 1:1; žlutá vrstva – tetraedry, zelená vrstva – oktaedry



Obr. 6 Uspořádání vrstev typu 2:1; žlutá vrstva – tetraedry, zelená vrstva – oktaedry

2.3.1 Skupina kaolinitu

Kaoliny jsou minerály, které se vyznačují uspořádáním vrstev typu 1:1 a dioktaedrickým charakterem sítě. Mají velmi pevnou krystalickou mřížku, částice těchto minerálů nejsou příliš dispergované a mají malý vnější i vnitřní povrch. Vrstvy jsou spojeny pomocí vodíkových vazeb, z tohoto důvodu nemají schopnost poutat a vyměňovat kationty. Mezi tyto minerály se řadí například kaolinit, nakrit a halloysit. Jíly této skupiny jsou

z chemického hlediska stejné, ale jejich struktura se liší, z toho důvodu jsou označovány jako polymorfy. [9][13][14]

2.3.2 Skupina smektitu

Smektity jsou jílové minerály, které byly dříve známe pouze jako skupina montmorillonitu. Jsou tvořeny velmi malými částčkami, které jsou vysoce dispergované. Tyto jílové minerály mají vrstevní uspořádání typu 2:1, tedy dvě tetraedrické sítě mezi sebou svírají jednu síť oktaedrickou. Mezi jednotlivými vrstvami se nachází prostor, do kterého vstupují molekuly vody nebo vyměnitelné kationty vyrovnávající negativní náboj vrstev. Specifická krystalová struktura dává smektitům velký měrný povrch, plasticitu a také schopnost bobtnat, která je pro smektity charakteristická.

Minerály smektitu jsou z technologického hlediska velmi významné. Využívají se jako sorbenty, dispergátory, pojiva, plniva či tmely. V chemickém průmyslu se smektity využívají jako katalyzátory, bývají součástí průmyslových deodorantů, vysoušedel vzduchu a průmyslových plynů. V potravinářském průmyslu se využívají sorpční vlastnosti smektitů, a to k různým úpravám potravin jako například čištění a stabilizace živočišných a rostlinných olejů a tuků, čerání a filtraci vín či moštů.

Mezi hlavní zástupce této skupiny patří saponit, nontronit či montmorillonit. [12][13][14]

2.3.2.1 Saponit

Saponit je zástupce trioktaedrických smektitů, přičemž oktaedrické pozice obsazují ionty Mg^{2+} . Chemický vzorec saponitu je $(1/2Ca, Na)_{0,25-0,6}Mg_3(Si, Al)_4O_{10} \cdot nH_2O$. Saponit je tvořen jemně zrnitými, masivními částčkami a jeho barva bývá šedozelená, nažloutlá, namodralá nebo bílá a má mastný lesk. [9]

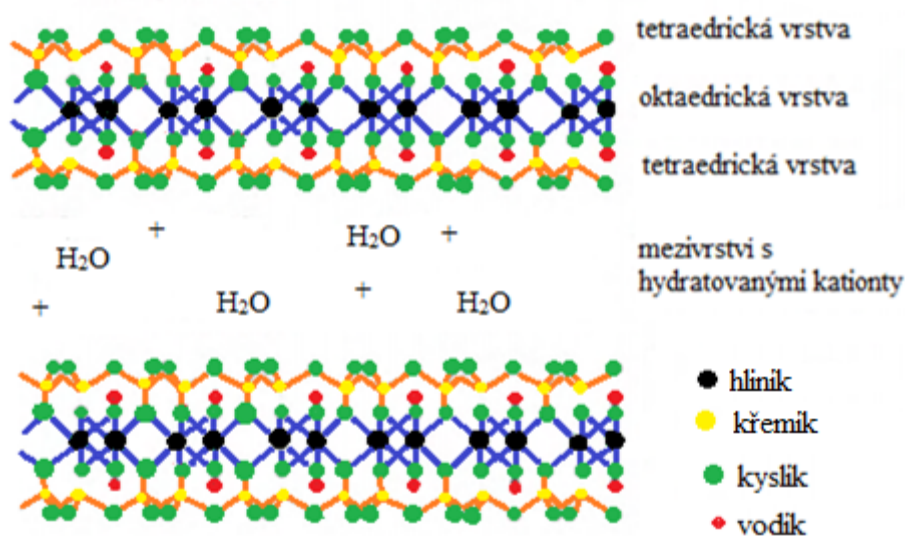
2.3.2.2 Nontronit

Nontronit je jedním z dioktaedrických smektitů. V oktaedrických pozicích má převážně kationty Fe^{3+} . Jeho chemický vzorec je $Na_{0,25-0,6}Fe^{3+}_2(Si, Al)_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$. Tento minerál vzniká přeměnou vulkanických skel, živeců a tmavých minerálů. Taktéž se vyskytuje v některých půdách. Jeho textura bývá jemně zrnitá, masivní a zemitá. Barvu mívá jasně zelenou nebo žlutozelenou s voskovým leskem. [9]

2.3.2.3 Montmorillonit

Montmorillonit (MMT) je dalším zástupcem dioktaedrických smektitů. Chemický vzorec je $(1/2\text{Ca}, \text{Na})_{0,25-0,6} (\text{Al}, \text{Mg})_2 \text{Si}_4\text{O}_{10} (\text{OH})_2 \cdot n \text{H}_2\text{O}$. V oktaedrických polohách je zde substituován Mg^{2+} za Al^{3+} a podle míry této substituce se montmorillonity dělí na čtyři typy: Wyoming, Cheto, Otay a Fe-montmorillonit. Označení nesou podle názvu lokalit. Wyoming se vyznačuje slabou Al-Mg substitucí. U typu Cheto je vyšší obsah Mg než u typu Wyoming. Nejvyšší obsah Mg se vyskytuje u typu Otay. Posledním představitelem je Fe-montmorillonit, který se vyznačuje vysokým obsahem železa. [9]

Struktura MMT se skládá z vrstev typu 2:1. Mezi jednotlivými vrstvami je prostor, kde se nacházejí molekuly vody (Obr. 7). Právě tato vrstevnatá struktura dává MMT schopnost bobtnat.



Obr. 7 Struktura MMT, převzato z [15] a upraveno

MMT je ze všech minerálů skupiny smektitu nejobvyklejší a také nejstudovanější. Tento minerál tvoří jemnozrnné agregáty, které mohou mít růžovou, bělavou, žlutou, šedou či světlehnědou barvu. Ve velké míře se MMT vyskytuje v jílových horninách nazývaných bentonity. Díky jeho snadné dostupnosti a charakteristickým vlastnostem, jako je např. velký měrný povrch či dobrá reaktivita při modifikaci, je tento minerál hojně využíván jako výztuž polymerních nanokompozitů. Adsorpční a bobtnavé vlastnosti MMT se využívají také při výrobě léčebných přípravků nebo k adsorpci barviv z odpadních vod. [9][13][16][17][18]

2.4 Nanokompozity

Kompozity obecně jsou materiály, které obsahují dva nebo více jednotlivých konstrukčních prvků lišících se složením nebo strukturou. Celý kompozit drží pohromadě matrice. Tato matrice je poté vyztužována různými materiály, které mají za úkol vytvořit nový materiál spojující vlastnosti jak matrice, tak samotné výztuže.

Nanokompozity jsou takové kompozity, ve kterých má alespoň jeden konstrukční prvek velikost v řádech nanometrů. Přesto, že byl termín „nanokompozit“ poprvé použit poměrně nedávno, vyvolal nadšení vědců a tyto materiály začaly být intenzivně zkoumány. S postupným výzkumem se ukázalo, že nanokompozity vykazují zlepšení mechanických, elektrických a tepelných vlastností oproti běžným kompozitům. K výrobě syntetických nanokompozitů se jako matrice využívají kovy, keramika či polymery. [13][19][20]

2.4.1 Nanokompozity s polymerní matricí

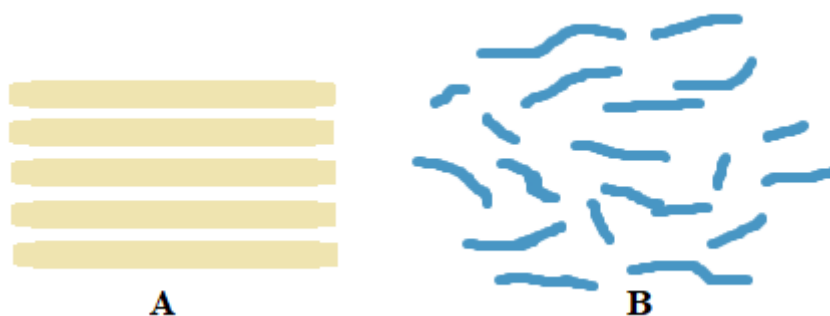
Tyto kompozity jsou tvořeny polymerní matricí a bývají plněny např. uhlíkovými vlákny či částicemi jílových minerálů.

Polymerní kompozity mají oproti kompozitům s kovovou matricí mnoho fascinujících vlastností. Vynikají jak svými mechanickými, tak elektrickými vlastnostmi, nízkou hmotností, odolností proti korozi a v neposlední řadě také poměrně snadnou výrobou. [20]

2.4.2 Polymerní nanokompozit plněný jílem

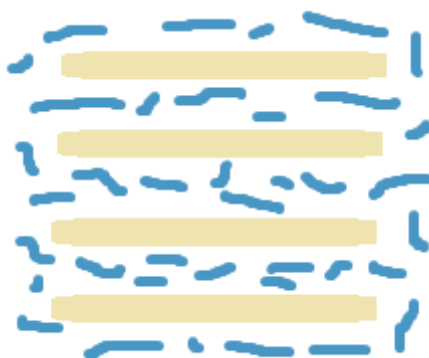
Jíl se jako výztuž polymerních nanokompozitů používá velmi hojně. Důvodem je jeho snadná dostupnost a z toho plynoucí nízká cena. Pro tyto nanokompozity je velmi atraktivní použití smektitů, převážně montmorillonitu. [19][21]

Mechanismus vzniku polymerního nanokompozitu je založen na tzv. interkalaci polymeru do mezivrstev jílového minerálu (Obr. 8 a 9). [13] [19]



Obr. 8 A) vrstvy jílového minerálu, B) polymer

Při interkalaci dochází k oddálení vrstev jílu a k vhodnému zabudování a uspořádání polymeru do jeho mezivrství. Mezivrstevní síly přitom zůstávají neporušeny.



Obr. 9 Interkalace

Situace, kdy se vrstvy jílu oddálí až příliš, se nazývá exfoliace (Obr. 10). V tomto případě se jednotlivé vrstvy jílu stávají na sobě nezávislé, dochází k přetržení mezivrstevních sil a ke ztrátě krystalografické orientace. [13][19][21]



Obr. 10 Exfoliace

Pokud je mezi polymerem a jílem slabá interakční afinita, nedochází k interkalaci polymeru do mezivrství a nevzniká polymerní nanokompozit, ale fázově oddělený polymerní mikrokompazit (Obr. 11). U tohoto typu dochází ke zhoršení vlastností, pro které se kompozity využívají. [22]



Obr. 11 Fázově oddělený mikrokompozit

2.4.3 Příprava polymerního nanokompozitu

Připravit polymerní nanokompozit lze třemi způsoby – interkalací z taveniny, interkalační polymerací a interkalací z roztoku. [21]

- **Interkalace z taveniny** spočívá v dispergaci jílového minerálu v polymerní tavenině. Tato metoda je poměrně pomalá ve srovnání s metodami používající roztoky. [21]
- Při **interkalační polymeraci** dochází ke smíchání monomeru se suspenzí jílového minerálu. Monomer nejprve začne vnikat do mezivrství jílu, kde následně probíhá polymerace nebo polykondenzace. Výsledkem tohoto způsobu přípravy jsou jílové částice homogenně rozptýlené v matici polymeru. [21]
- Posledním způsobem je příprava **interkalací z roztoku**. Tento způsob je založen na smíchání suspenze jílového minerálu s polymerem, který je rozpuštěný ve vodě nebo v organickém rozpouštědle. Výsledný nanokompozit se získá odstraněním rozpouštědla např. filtrací za sníženého tlaku. [21]

Konkrétně pro přípravu polymerního nanokompozitu PANI/MMT se využívá převážně způsobu interkalace z roztoku. Běžným a ověřeným postupem je smíchání roztoku anilinium – sulfátu, vodného roztoku peroxodisíranu amonného a montmorillonitu. Tato metoda tedy využívá jako rozpouštědlo polární látku – vodný roztok peroxodisíranu amonného. Je ovšem možnost přípravy způsobem tzv. obrácené emulze, kdy je jako primární rozpouštědlo použita látka nepochopitelná, např. toluen či dodekan. [23]

2.4.4 Využití polymerních nanokompozitů

Polymerní nanokompozity nacházejí využití v mnoha odvětvích. Velká část nanokompozitů typu polymer/jíl se využívá v automobilovém a leteckém průmyslu. Dále se využívají při odstraňování znečišťujících látek (bakterie, těžké kovy, fenoly, pesticidy, barviva atd.) z vody či jako retardéry hoření. Jílové minerály v polymerní matrici vytvářejí složitou síť, která tvoří bariéru pro difundující plyny, čehož se využívá v obalových materiálech, pro zvýšení doby čerstvosti potravin. [24][25][26]

2.5 Principy metod použitých k charakterizaci vzorků

2.5.1 Rentgenová difrakční analýza

Rentgenová difrakční analýza je nedestruktivní metoda využívaná pro identifikaci struktury monokrystalů či polykrystalických materiálů (prášků).

Principem této metody je interakce monochromatického RTG záření s krystalickým vzorkem. Všechny krystalické vzorky jsou tvořeny krystalickou mřížkou. Po dopadu RTG záření na krystalickou mřížku dochází k pružnému rozptylu (difrakci) záření a následně jeho rozptýlení do všech směrů. Pouze určité směry vln rozptýleného záření splňují Braggovu rovnici:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$$

kde n je řád difrakce, λ je vlnová délka monochromatického záření, d značí mezirovinnou vzdálenost a θ difrakční úhel. Při splnění Braggovy rovnice dochází k interferenci (skládání) vln záření. Interference tohoto záření se projeví jako maximum v difrakčním záznamu, který je výstupem této metody. Difrakční záznam znázorňuje závislost intenzity záření na hodnotě úhlu 2θ .

Touto metodou lze identifikovat jednotlivé krystalické fáze, jelikož každá jednoduchá krystalická fáze má charakteristický difrakční záznam. Difrakční záznam však nevykresluje vnitřní strukturu krystalu. Identifikace probíhá na základě intenzity a polohy jednotlivých difrakčních píků. Intenzita je závislá na obsahu dané krystalické fáze a polohy dávají informaci o mezirovinných vzdálenostech krystalických fází, které jsou v daném vzorku přítomny. [27][28][29]

2.5.2 Infračervená spektroskopie

Infračervená (IČ) spektroskopie je nedestruktivní analytická metoda spadající do oblasti vibrační spektroskopie. Je založena na interakci molekuly s infračerveným zářením v rozmezí vlností 20–12500 cm^{-1} . Toto rozmezí se dále rozděluje na oblast blízkou, střední a vzdálenou, přičemž pro identifikaci základních vibrací většiny organických a anorganických molekul se využívá oblast střední, která se pohybuje v rozmezí cca 400–4000 cm^{-1} .

Infračervené záření nemá dostatečně velkou energii na to, aby při jeho absorpci molekulami způsobilo excitaci elektronů do vyšší vibrační hladiny, dochází pouze ke změnám vibrací a rotací molekul. Absorpce IČ záření, a tedy změny vibračně-rotčních stavů molekuly, se projevují jako pásy v infračerveném spektru. IČ spektrum představuje závislost intenzity

absorbance na vlnótu IČ záření. V IČ spektru lze nalézt informace o tom, jaké vazby se v dané látce vyskytují, což poté umožňuje neznámou látku přibližně určit. K vyhodnocení spekter se využívají tabulky, ve kterých lze najít intervaly vlnóť, při kterých se nacházejí charakteristické vibrace jednotlivých vazeb. [29][30]

2.5.3. Ramanova spektroskopie

Ramanova spektroskopie, obdobně jako IČ spektroskopie, spadá do skupiny metod vibrační spektroskopie a je metodou doplňkovou k IČ spektroskopii. Principem této metody je interakce látky s monochromatickým zářením, nejčastěji laserem. Při osvětlení dochází k interakci molekuly s fotonem, přičemž následně dochází k rozptylu tohoto záření molekulou. Jednotlivé vibrace se, obdobně jako u IČ spektroskopie, určují ze spektra, které vyjadřuje závislost intenzity na Ramanově posunu. Metoda nachází využití při určování struktury a kvalitativní i kvantitativní analýze směsí.

2.6 Výpočty z naměřených dat

2.6.1 Měrná elektrická vodivost

Měrná elektrická vodivost je fyzikální veličina, podle které máme možnost určit schopnost materiálu vést elektrický proud. Ve výpočtu měrné elektrické vodivosti hrají důležitou roli geometrické vlastnosti elektrod, tedy jejich plocha a vzdálenost. Základem pro výpočet je Ohmův zákon:

$$I = \frac{U}{R} \quad (1)$$

I je zde elektrický proud, U je elektrické napětí a R představuje elektrický odpor. Elektrickou vodivost (G) lze zapsat jako převrácenou hodnotu elektrického odporu, a to ve tvaru:

$$G = \frac{1}{R} \quad (2)$$

Spojením těchto dvou vzorců získáme vzorec pro výpočet elektrické vodivosti:

$$G = \frac{I}{U} \quad (3)$$

Závislost elektrické vodivosti na geometrických vlastnostech elektrod udává vztah:

$$G = \sigma * \frac{S}{l} \quad (4)$$

Kde S je plocha průřezu vzorku, l je vzdálenost elektrod a σ je měrná elektrická vodivost s jednotkou S/m. Spojením rovnic (3) a (4) dostaneme vzorec pro výpočet měrné elektrické vodivosti ve tvaru:

$$\sigma = \frac{I}{U * \frac{S}{l}} \quad (5)$$

2.6.2 Anizotropie elektrické vodivosti

Anizotropií se myslí závislost veličiny na zvoleném směru. V případě nanokompozitu PANI/MMT dochází při lisování do tablet ke specifickému uspořádání PANI řetězců a částic jílu, proto se elektrická vodivost, měřená v různých směrech, liší. Vodivost těchto tablet se měří ve směru rovnoběžném s rovinou tablety (σ_{\parallel}) a ve směru kolmém na rovinu tablety (σ_{\perp}). Anizotropní vlastnosti se poté vyjadřují pomocí tzv. anizotropního faktoru α , který je dán podílem těchto dvou vodivostí:

$$\alpha = \frac{\sigma_{\parallel}}{\sigma_{\perp}} \quad (6)$$

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Chemikálie

- **Na – Montmorillonit Portaclay** – chemický vzorec: $M_{0,5}(Al,Mg)_2(Si)_4O_{10}(OH)_2$, komerčně dostupný s mezivrstevní vzdáleností 1,193 nm a nábojem vrstvy 0,7 elektronů, dodán nizozemskou firmou Ankerpoort, zakoupen u firmy Lach-ner, s. r. o.
- **Anilin** – 99,5 %, $M = 93,13$ g/mol, zakoupen u firmy Lach-ner, s. r. o.
- **Kyselina sírová** – 96 %, $M = 98,08$ g/mol, zakoupena u firmy Lach-ner, s. r. o.
- **Peroxodisíran amonný** – 98 %, $M = 228,18$ g/mol, zakoupen u firmy Lach-ner, s. r. o.
- **Dodekan** – 90 %, $M = 170,34$ g/mol
- **Methylester řepkového oleje** – zakoupen u firmy U.C.Y. ENERGY GROUP

3.2 Příprava vzorků

V rámci této práce byly připraveny vzorky kompozitů PANI/MMT dvěma metodami. První (jednokroková) metoda spočívala v současné interkalaci a polymeraci PANI řetězců do mezivrstevného prostoru MMT. Druhá (dvoukroková) metoda byla založena na přípravě interkalátu anilinium/MMT a následné polymeraci anilinia v mezivrstvě fylosilikátu. Všechny vzorky byly připraveny jak v polárním prostředí (vodném roztoku peroxodisíranu amonného), tak i v nepolárním prostředí (dodekanu a methylesteru řepkového oleje). Pro srovnání byly připraveny také vzorky čistého PANI.

3.2.1 Jednokroková metoda přípravy kompozitů

Nejprve byl připraven 0,2M roztok anilinium-sulfátu smícháním 2,25 ml anilinu a 300 ml 0,5M kyseliny sírové. Následně bylo 100 ml anilinium-sulfátu (AS) smícháno se 100 ml 0,2M roztoku peroxodisíranu amonného, dalších 100 ml AS bylo smícháno s 90 ml dodekanu a 10 ml 2M roztoku peroxodisíranu amonného, a posledních 100 ml AS bylo smícháno s 90 ml methylesteru řepkového oleje a 10 ml 2M roztoku peroxodisíranu amonného. Ke každé polymerační směsi byly přidány 4 g MMT. Směsi byly poté upevněny na rotační třepačku, kde 6 hodin probíhala zároveň interkalace a polymerace. Po uplynutí této doby byly směsi zfiltrvány přes Büchnerovu nálevku, stabilizovány 0,2M HCl a sušeny 48 hodin při 40 °C. Touto metodou byly připraveny celkem 3 vzorky, jejichž výtěžky jsou uvedeny v Tabulce 1.

Označení vzorků: PANI_MMT_DOD; PANI_MMT_PS; PANI_MMT_olej.

Tabulka 1 Přehled kompozitů připravených jednokrokovou metodou + výtěžky

vzorek	Výtěžek [g]
PANI_MMT_PS	5,102
PANI_MMT_DOD	5,040
PANI_MMT_olej	7,378

3.2.2 Dvoukroková metoda přípravy kompozitů

Prvním krokem této metody byla příprava interkalátu. Pro přípravu interkalátu byl opět využit AS připravený stejným způsobem jako u jednokrokové metody. K tomuto roztoku byly poté přidány 4 g MMT a směs byla pečlivě promíchána. Následně probíhala sedmidenní interkalace. Po sedmi dnech byla směs přefiltrována přes Büchnerovu nálevku. Tímto způsobem bylo připraveno celkem 9 vzorků interkalátů anilinium/MMT.

Druhým krokem metody byla příprava polymerních kompozitů. Kompozity byly připraveny dvěma způsoby – s vysušeným interkalátem a s nevysušeným interkalátem. Výtěžky vysušených interkalátů jsou uvedeny v tabulce 2, 3 a 4.

Označení vzorku: An_MMT

3.2.2.1 Kompozity s vysušeným interkalátem

Připravené interkaláty byly nejprve sušeny při 40 °C 24 hodin. Poté byly rozetřeny ve třecí misce. K jednomu vysušenému interkalátu bylo přidáno 90 ml dodekanu a 4,56 g peroxodisíranu amonného rozpuštěného v 10 ml destilované vody (2M roztok). K druhému interkalátu bylo přidáno 90 ml methylesteru řepkového oleje a opět 10 ml 2M roztok peroxodisíranu amonného. Poslední interkalát byl smíchán se 100 ml 0,2M roztoku peroxodisíranu amonného. Směsi byly poté upevněny na rotační třepačku. Po polymeraci, která trvala 6 hodin, byly směsi zfiltrány přes Büchnerovu nálevku, propláchnuty 0,2M HCl a sušeny 24 hodin při 40 °C.

Touto metodou bylo připraveno celkem 9 vzorků, jejichž výtěžky jsou uvedeny v Tabulkách 2, 3 a 4.

Označení vzorků: PANI_MMT_DOD_S; PANI_MMT_PS_S; PANI_MMT_olej_S

3.2.2.2 Kompozity s nevysušeným interkalátem

Přefiltrované interkaláty byly převedeny do vzorkovnic. K jednotlivým interkalátům byly přidány stejné roztoky jako u přípravy s vysušenými interkaláty, tedy 90 ml dodekanu/methylesteru řepkového oleje s 10 ml 2M roztoku peroxodisíranu amonného a 100 ml 0,2M roztoku peroxodisíranu amonného. Směsi byly opět upevněny na rotační třepačku, kde probíhala 6 hodin polymerace. Po uplynutí této doby byly směsi zfiltrány přes Büchnerovu nálevku, stabilizovány 0,2M HCl a následně sušeny 24 h při 40 °C.

Touto metodou bylo připraveno celkem 9 vzorků, jejichž výtěžky jsou uvedeny v Tabulkách 2, 3 a 4.

Označení vzorků: PANI_MMT_DOD_M; PANI_MMT_PS_M; PANI_MMT_olej_M

Tabulka 2 Přehled výtěžků vysušených interkalátů An_MMT + výtěžky výsledných vzorků připravených dvoukrokovou metodou v nepolárním prostředí dodekanu

Interkalát	Výtěžek [g]	PANI_MMT_DOD	
		Vzorek	Výtěžek [g]
An_MMT_S1_S	4,941	S1_S	4,046
An_MMT_S2_S	4,894	S2_S	3,863
An_MMT_S3_S	4,871	S3_S	3,810
		S1_M	4,258
		S2_M	4,265
		S3_M	3,863

Tabulka 3 Přehled výtěžků vysušených interkalátů An_MMT + výtěžky výsledných vzorků připravených dvoukrokovou metodou ve vodném prostředí peroxodisíranu amonného

Interkalát	Výtěžek [g]	PANI_MMT_PS	
		Vzorek	Výtěžek [g]
An_MMT_S1_S	4,953	S1_S	3,924
An_MMT_S2_S	5,041	S2_S	3,780
An_MMT_S3_S	5,012	S3_S	3,751
		S1_M	3,880
		S2_M	4,141
		S3_M	4,075

Tabulka 4 Přehled výtěžků vysušených interkalátů An_MMT + výtěžky výsledných vzorků připravených dvoukrokovou metodou v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje

Interkalát	Výtěžek [g]	PANI_MMT_olej	
		Vzorek	Výtěžek [g]
An_MMT_S1_S	4,758	S1_S	4,903
An_MMT_S2_S	5,016	S2_S	4,673
An_MMT_S3_S	5,039	S3_S	4,744
		S1_M	4,665
		S2_M	4,887
		S3_M	5,217

3.2.3 Příprava čistého polyanilinu

Stejně jako u přípravy kompozitů byl smícháním 15,75 ml anilinu a 900 ml 0,5M kyseliny sírové připraven roztok AS. Poté bylo 300 ml tohoto roztoku smícháno s 300 ml 0,2M roztoku peroxodisíranu amonného, dalších 300 ml roztoku AS bylo smícháno s 270 ml dodekanu a 30 ml 2M roztoku peroxodisíranu amonného a posledních 300 ml AS bylo smícháno s 270 ml methylesteru řepkového oleje a 30 ml 2M roztoku peroxodisíranu amonného. Polymerace směsi opět probíhala 6 hodin na rotační třepačce. Následně byly polymerační směsi přefiltrovány přes Büchnerovu nálevku, stabilizovány 0,2M HCl a sušeny při 40 °C po dobu 48 hodin.

Takto byly připraveny celkem 3 vzorky, jejichž výtěžky jsou uvedeny v Tabulce 5.

Označení vzorků: PANI_DOD; PANI_PS; PANI_olej

Tabulka 5 Přehled vzorků čistého PANI připraveného v peroxodisíranu amonném, dodekanu a methylesteru řepkového oleje

Vzorek	Výtěžek [g]
PANI_PS	5,481
PANI_DOD	5,992
PANI_olej	11,475

3.3 Příprava tablet

Z každého práškového vzorku byla vytvořena jedna tableta. Tablety byly lisovány na stolním hydraulickém lisu (Obr. 12) bez použití pojiv a lubrikantů. Na vytvoření tablety bylo naváženo $3 \pm 0,025$ g vzorku. Vzorek byl poté nasypán do lisovací matrice (Obr. 13) a matrice se vzorkem byla postavena na podložku. Doba lisování jedné tablety byla 10 minut při konstantním zatížení 2 tuny. Výsledné tablety měly rozměry 2,8 x 2,8 cm. Tloušťka tablet se pohybovala od 0,2 do 0,5 cm.

Navážky práškových vzorků a výsledné hmotnosti jednotlivých tablet jsou uvedeny v Tabulkách 6 a 7. U tablety PANI_olej došlo po vylisování k rozlomení, z tohoto důvodu je její hmotnost výrazně menší než u ostatních vzorků.



Obr. 12 Stolní hydraulický lis; popis: A – podložka, B – lisovací píst, C – tlakoměr, D – ruční pumpa



Obr. 13 Lisovací matrice

Tabulka 6 Navážky práškových vzorků připravených jednokrokovou metodou; hmotnosti výsledných tablet

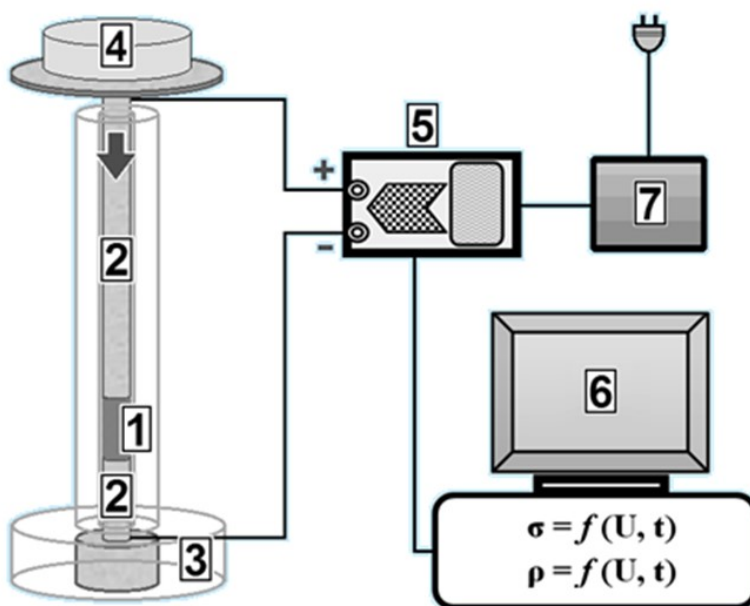
Vzorek	Prášek [g]	Tableta [g]
PANI_PS	3,015	2,988
PANI_DOD	3,008	2,899
PANI_olej	3,025	1,487
PANI_MMT_PS	2,998	2,973
PANI_MMT_DOD	3,004	2,960
PANI_MMT_olej	3,013	2,680

Tabulka 7 Navážky práškových vzorků připravených dvoukrokovou metodou; hmotnosti výsledných tablet

PANI_MMT_PS	Prášek [g]	Tableta [g]
S1_S	3,006	2,988
S2_S	3,011	2,980
S3_S	3,007	2,979
S1_M	3,014	2,920
S2_M	3,014	2,988
S3_M	3,020	2,980
PANI_MMT_DOD	Prášek [g]	Tableta [g]
S1_S	3,002	2,960
S2_S	3,004	2,963
S3_S	3,007	2,955
S1_M	3,011	2,972
S2_M	3,007	2,976
S3_M	3,008	2,970
PANI_MMT_olej	Prášek [g]	Tableta [g]
S1_S	3,007	2,963
S2_S	3,005	2,942
S3_S	3,008	2,953
S1_M	3,014	2,925
S2_M	3,014	2,920
S3_M	3,010	2,845

3.4 Měření elektrické vodivosti práškových vzorků

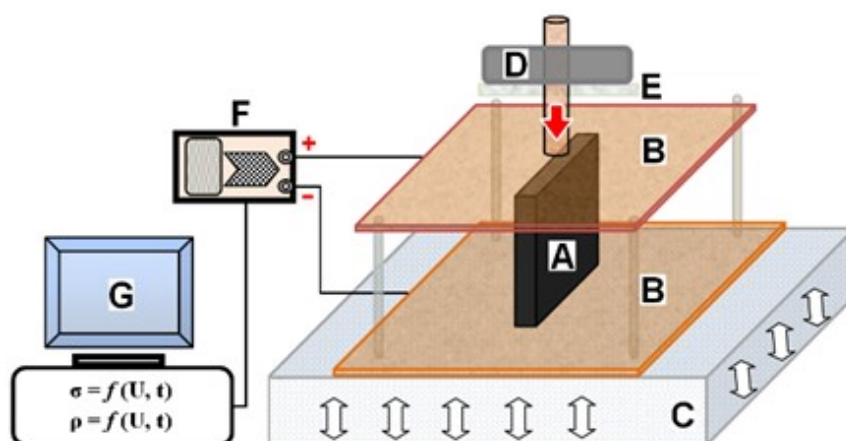
Elektrická vodivost všech připravených práškových vzorků byla změřena 7 dní po přípravě na aparatuře (Obr. 14). Výška prášku v kapiláře byla vždy 3 mm. Všechny vzorky byly měřeny při konstantní hodnotě napětí na elektrodách 1 V. Dokonalý přítlak elektrod k práškovým vzorkům byl dosažen použitím dvou závaží o celkové hmotnosti 272 g. Závaží byla během měření umístěna na horní měděné elektrodě.



Obr. 14 Aparatura pro měření vodivosti práškových vzorků; 1 – práškový vzorek, 2 – měděné elektrody, 3 – izolační podložka, 4 – závaží, 5 – měřicí karta, 6 – PC, 7 – zdroj napětí; převzato z [31]

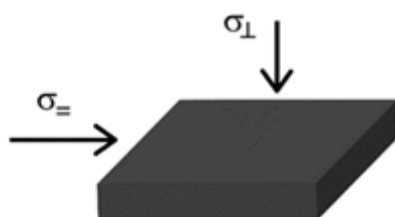
3.5 Měření elektrické vodivosti tablet

Elektrická vodivost všech lisovaných tablet byla změřena na měřící aparatuře (Obr. 15). Při měření většiny tablet byla hodnota napětí nastavena na 1 V. Hodnota napětí u vzorků PANI_DOD, PANI_olej a PANI_PS byla nastavena na hodnotu 0,1 V z důvodu ochrany měřícího zařízení. Pro konstantní zatížení vrchní elektrody byla opět použita dvě závaží o celkové hmotnosti 272 g.



Obr. 15 Aparatura pro měření vodivosti tablet; A – tableta, B – Cu elektrody, C – izolační podložka, D – závaží, E – měkká podložka, F – měřicí karta, G – PC; převzato z [32]

Vodivost tablet byla měřena ve dvou směrech. Uvedené značení bylo vždy vztaženo na hlavní rovinu tablety. Hodnoty σ_{\perp} tedy značí vodivost ve směru kolmém na hlavní rovinu tablety (tzn. kolmou na vrstvy MMT) a zároveň rovnoběžném se směrem lisování, zatímco hodnoty σ_{\parallel} značí vodivost ve směru rovnoběžném s hlavní rovinou tablety (tzn. rovnoběžně s vrstvami MMT) a zároveň kolmém na směr lisování.



Obr. 16 Znázornění směru měření vodivosti tablet; σ_{\perp} – směr rovnoběžný se směrem lisování; σ_{\parallel} – směr kolmý na směr lisování; převzato z [33]

3.6 Charakterizace vzorků

3.6.1 Rentgenová difrakční analýza

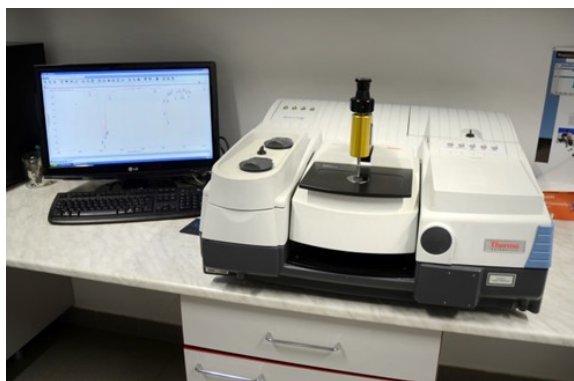
Rentgenová difrakční analýza byla provedena na práškovém difraktometru Miniflex600 (Rigaku, JP) s 1D detektorem DTex/Ultra (Obr. 17). Vzorky byly měřeny v reflexním módu, rozsah od 5 do 30° 2Theta, s krokem 0,02° a dobou kroku 3°/min. Při měření byla použita kobaltová lampa (CoK α ; $\lambda=0,1789$ nm). Práškové vzorky nebyly pro analýzu nijak upravovány.



Obr. 17 Práškový difraktometr Miniflex600 Rigaku

3.6.2 Infračervená spektroskopie

Analýza práškových vzorků byla provedena na FTIR spektrometru Nicolet 6700 FT-IR (Obr. 18), vybaveným interferometrem Vectra se standardním spektrálním rozlišením 0,4 cm⁻¹. Spektrometr pracuje na principu metody ATR s diamantovým nástavcem. Pro každý vzorek bylo nasnímáno 32 scanů. Práškové vzorky nebyly pro analýzu nijak upravovány. Získaná spektra byla upravena v PC softwaru OMNIC, přes který rovněž probíhá kompletní obsluha přístroje.



Obr. 18 FTIR spektrometr Nicolet 6700

3.6.3 Ramanova spektroskopie

K získání Ramanových spekter byl použit konfokální Ramanův mikroskop XploRATM (HORIBA Jobin Yvon) (Obr. 19). Přístroj je vybaven optickým mikroskopem Olympus BX41/51 se třemi objektivy o zvětšení 10x, 50x a 100x, pro měření byl využit objektiv se zvětšením 50x, který je vhodný pro práškové vzorky. Detektorem je vysoce citlivý, vzduchem chlazený 1024 pixelový 1“ CCD čip. Veškerá obsluha přístroje probíhá přes PC software LabSpec. Pro analýzu byl použit excitační zdroj o vlnové délce 532 nm, 0,1 % laserové intenzity. Sken každého spektra byl proveden 10x s dobou trvání 10 s. Z každého vzorku byla získána spektra z 5 různých bodů. Z těchto bodů bylo poté vytvořeno průměrné spektrum.

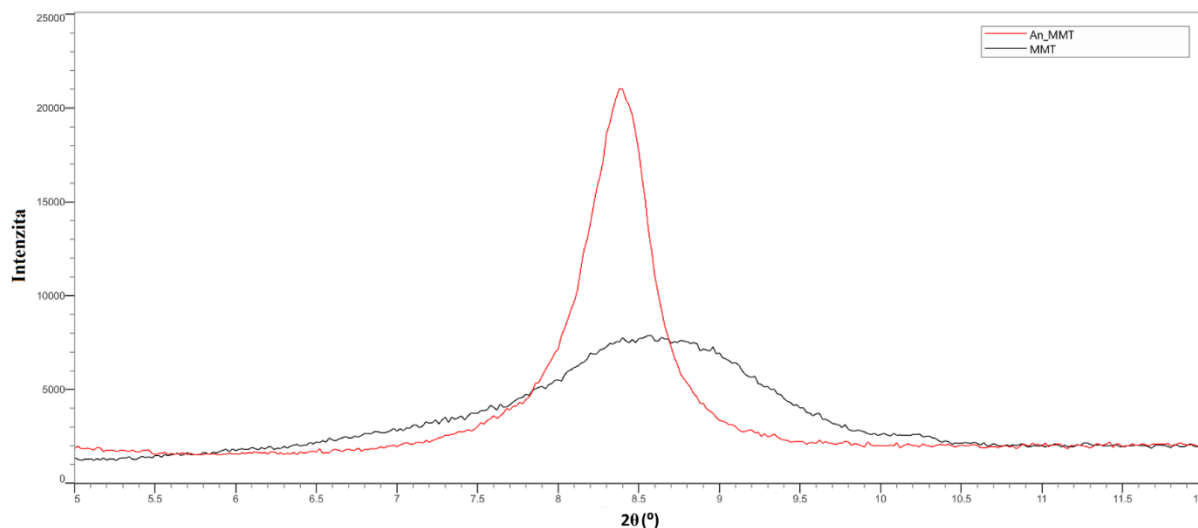


Obr. 19 Ramanův mikroskop XploRATM (HORIBA Jobin Yvon)

4 VÝSLEDKY

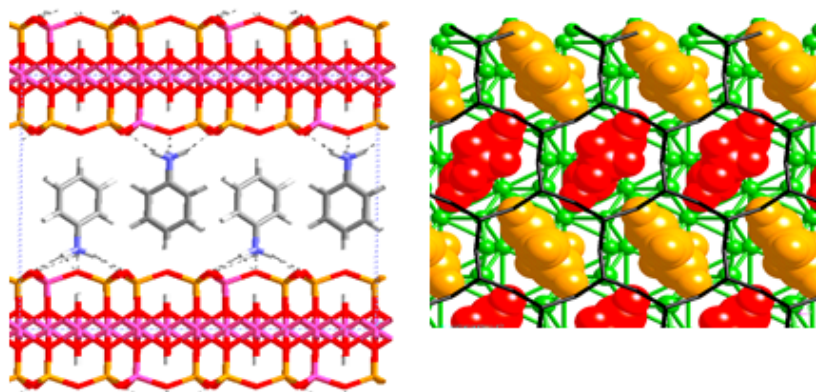
4.1 Rentgenová difrakční analýza

Na obr. 20 jsou srovnány difrakční záznamy vzorků An_MMT a čistého MMT v oblasti, ve které se vyskytuje (001) bazální difrakce MMT.



Obr. 20 Porovnání průběhů (001) difrakční linie montmorillonitu

Bazální difrakční linie (001) vzorku MMT vykazuje difuzní charakter s neostrým maximem, což signalizuje nedokonalou uspořádanost fylosilikátu ($d_{001}=1,193$ nm). Difuzní charakter tohoto píku může rovněž souviset s přítomností různých kationtů v mezivrstvích, což je častým jevem v případě přírodních fylosilikátů. U vzorku An_MMT, připraveného interkalací anilinia do mezivrstev MMT ($d_{001}=1,222$ nm), pak došlo k výraznému ovlivnění uspořádanosti struktury MMT ve směru kladu vrstev, což se projevilo zúžením 001 difrakční linie a nárůstem její intenzity. Tuto skutečnost může doložit obr. 21, kde je pomocí molekulárního modelování navrženo uspořádání mezivrstev interkalátu anilinium/vermikulit. Lze předpokládat obdobné uspořádání mezivrstev připraveného vzorku An_MMT.



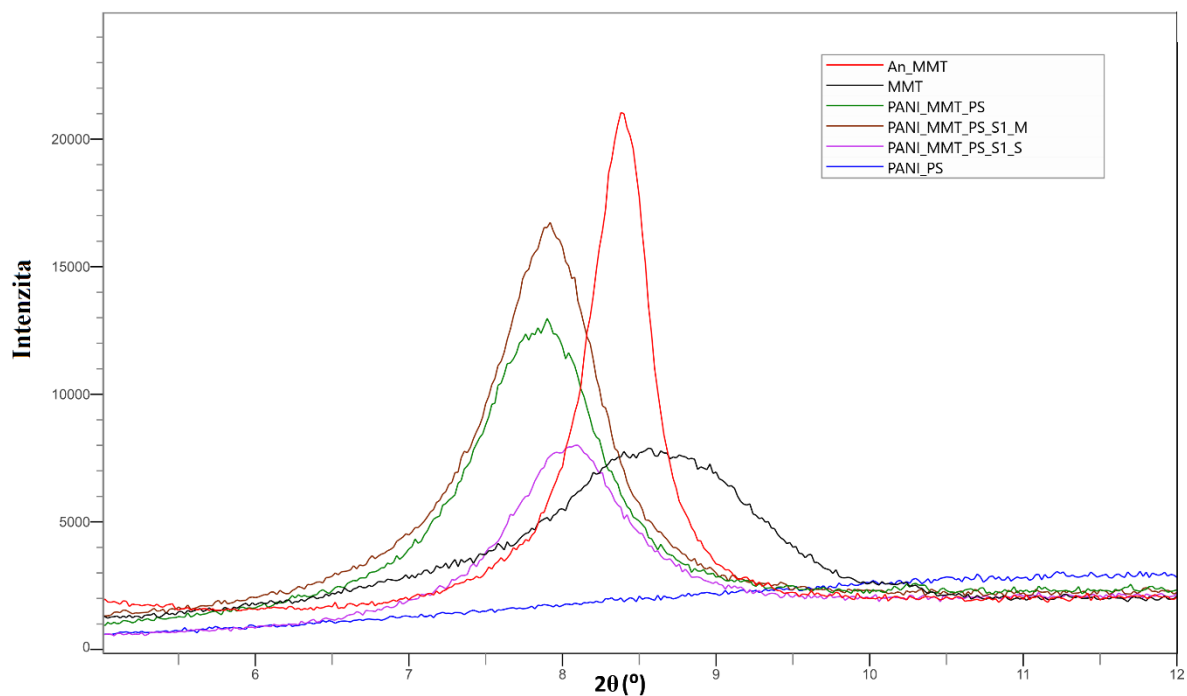
Obr. 21 Příklad uspořádání mezivrstevního prostoru v interkalované struktuře anilinium/vermikulit, převzato z [34]

Na obr. 22 jsou porovnány difrakční záznamy PANI a nanokompozitů připravených ve vodném prostředí peroxodisíranu amonného a segmenty difrakčních záznamů vzorků An_MMT a čistého MMT. Hodnoty mezivrstevních vzdáleností d_{001} jsou uvedeny v Tabulce 8.

Z hodnot d_{001} čistého MMT a jednotlivých nanokompozitů vyplývá, že u všech vzorků došlo k interkalaci PANI řetězců do mezivrství MMT. Nejvyšší hodnotu d_{001} vykazoval vzorek připravený jednokrokovou metodou – PANI_MMT_PS.

Tabulka 8 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností MMT, An_MMT a tří kompozitů PANI_MMT_PS.

Vzorek	d_{001} (nm)
An_MMT	1,222
MMT	1,193
PANI_MMT_PS	1,305
PANI_MMT_PS_S1_M	1,296
PANI_MMT_PS_S1_S	1,275

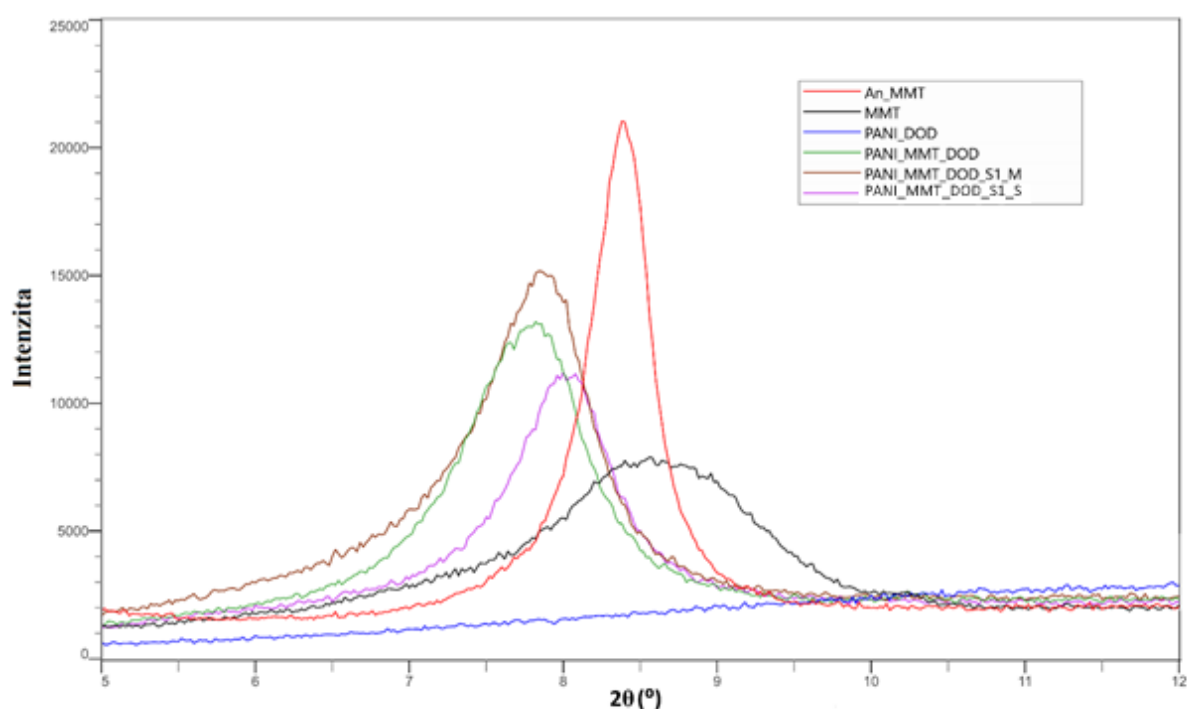


Obr. 22 XRD záznam An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů PANI_MMT_PS

Na Obr. 23 jsou srovnány difrakční záznamy An_MMT, čistého MMT, PANI a nanokompozitů připravených v nepolárním prostředí dodekanu. V Tabulce 9 jsou uvedeny hodnoty mezivrstevních vzdáleností d_{001} . Také u těchto vzorků kompozitů došlo k posunu difrakčních pásů k nižším úhlům 2θ ve srovnání s čistým MMT, což znamená vyšší hodnoty mezivrstevních vzdáleností d_{001} , a dokládá interkalaci řetězců PANI do mezivrství MMT. Hodnoty d_{001} jednotlivých kompozitů se mírně liší.

Tabulka 9 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností MMT, An_MMT a třech kompozitů PANI_MMT_DOD.

Vzorek	d_{001} (nm)
An_MMT	1,222
MMT	1,193
PANI_MMT_DOD	1,313
PANI_MMT_DOD_S1_M	1,300
PANI_MMT_DOD_S1_S	1,279

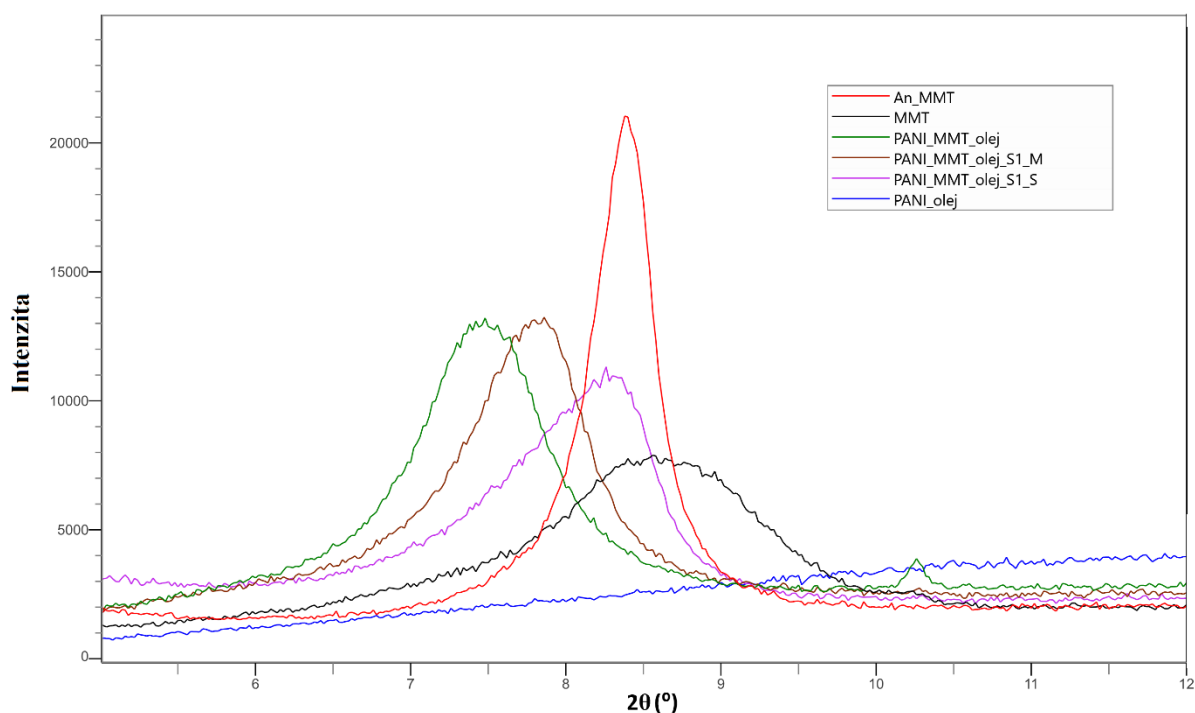


Obr. 23 XRD záznam An_MMT, čistého MMT, čistého PANI_DOD a nanokompozitů PANI_MMT_DOD

Na Obr. 24 jsou srovnány difrakční záznamy An_MMT, čistého MMT, PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje. Z hodnot mezivrstevních vzdáleností d_{001} , uvedených v Tabulce 10, lze usoudit, že u všech vzorků připravených v oleji došlo k interkalaci PANI řetězců do mezivrstev MMT. Lze ovšem pozorovat značný rozdíl v hodnotách d_{001} jednotlivých vzorků. Nejvyšší hodnotu vykazoval vzorek připravený jednokrokovou metodou – PANI_MMT_olej. Naopak nejnižší hodnotu vykazoval vzorek připravený dvoukrokovou metodou s použitím vysušeného interkalátu – PANI_MMT_olej_S1_S.

Tabulka 10 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností MMT, An_MMT a tří kompozitů PANI_MMT_olej.

Vzorek	d_{001} (nm)
An_MMT	1,222
MMT	1,193
PANI_MMT_olej	1,370
PANI_MMT_olej_S1_M	1,309
PANI_MMT_olej_S1_S	1,227

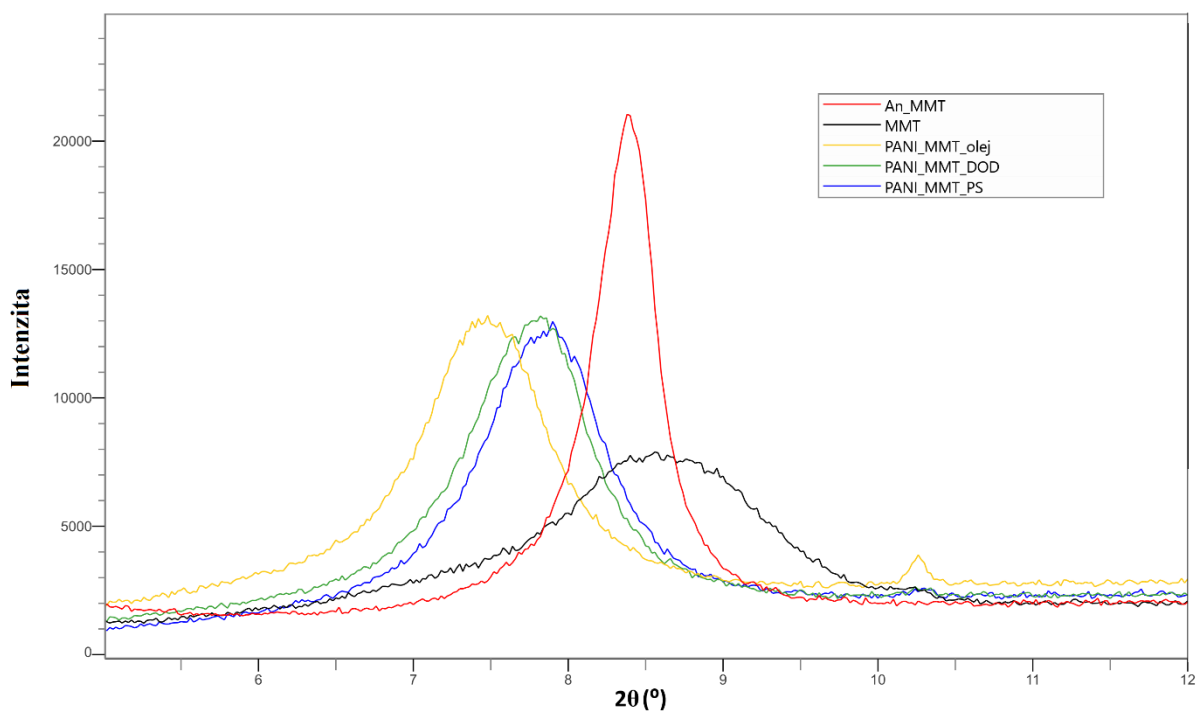


Obr. 24 XRD záznam An_MMT, čistého MMT, čistého PANI_olej a nanokompozitů PANI_MMT_olej

Na Obr. 25 jsou srovnány difrakční záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených jednokrokovou metodou. V Tabulce 11 jsou uvedeny hodnoty mezivrstevních vzdáleností d_{001} . Z uvedených hodnot vyplývá, že u všech tří nanokompozitů jsou přítomny PANI řetězce v mezivrstvích MMT. Nejvyšší hodnotu d_{001} vykazuje nanokompozit připravený v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje.

Tabulka 11 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených jednokrokovou metodou.

Vzorek	d_{001} (nm)
An_MMT	1,222
MMT	1,193
PANI_MMT_olej	1,370
PANI_MMT_DOD	1,313
PANI_MMT_PS	1,305

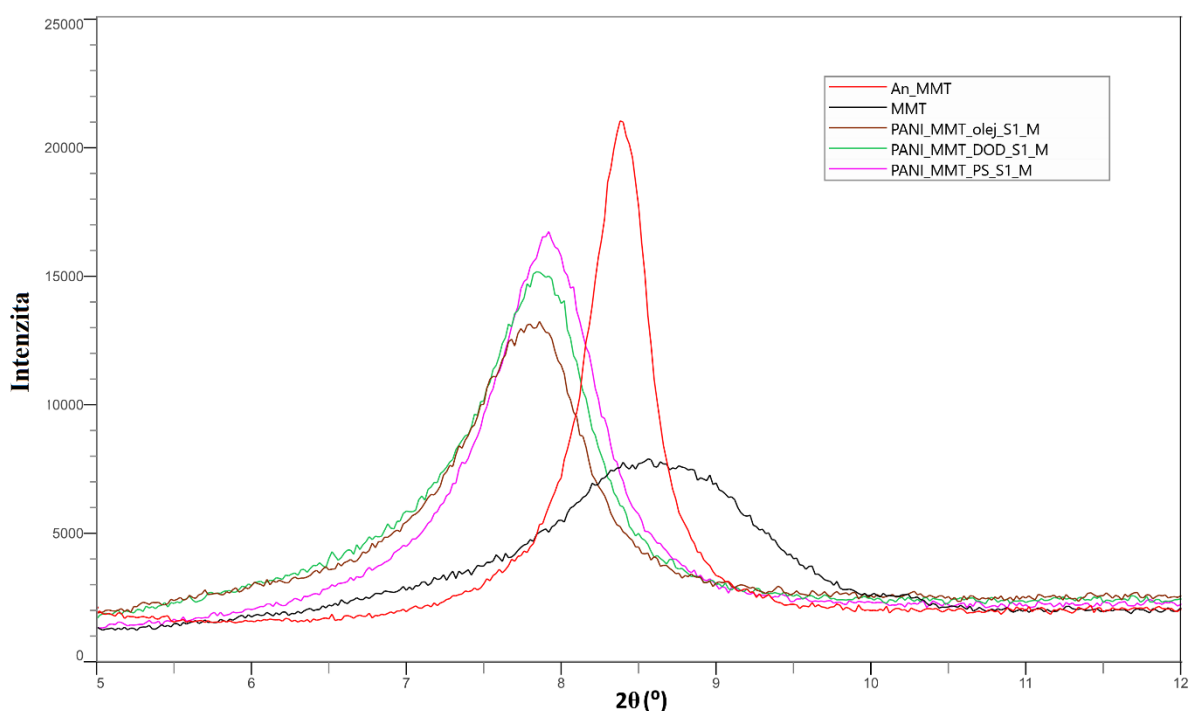


Obr. 25 XRD záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených jednokrokovou metodou

Na Obr. 26 jsou srovnány difrakční záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím nevysušeného interkalátu An_MMT. Z minimálních rozdílů hodnot d_{001} uvedených v Tabulce 12 vyplývá, že u všech nanokompozitů připravených touto metodou jsou PANI řetězce přítomny v mezivrstvi MMT, a jejich uspořádání v mezivrstvi je velmi podobné.

Tabulka 12 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím nevysušeného interkalátu An_MMT.

Vzorek	d_{001} (nm)
An_MMT	1,222
MMT	1,193
PANI_MMT_olej_S1_M	1,309
PANI_MMT_DOD_S1_M	1,300
PANI_MMT_PS_S1_M	1,296

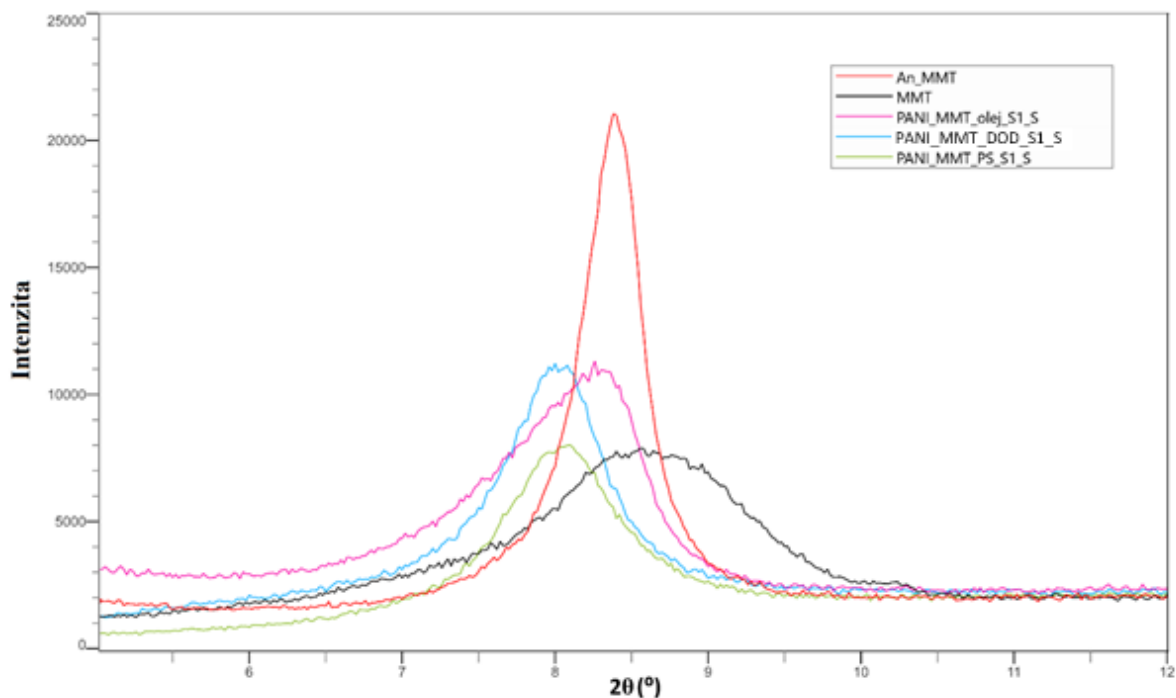


Obr. 26 XRD záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím nevysušeného interkalátu An_MMT

Na Obr. 27 jsou srovnány difrakční záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím vysušeného interkalátu An_MMT. Hodnoty mezivrstevních vzdáleností d_{001} jsou uvedeny v Tabulce 13. Hodnoty d_{001} pro vzorky připravené v dodekanu a v peroxodisíranu amonném se od sebe liší jen nepatrně. Oproti tomu hodnota d_{001} pro vzorek v oleji je mnohem nižší a téměř srovnatelná s hodnotou d_{001} pro An_MMT. Difuzní charakter píku s neostrým maximem u tohoto vzorku signalizuje nedokonalou uspořádanost mezivrsteví fylosilikátu.

Tabulka 13 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím vysušeného interkalátu An_MMT.

Vzorek	d_{001} (nm)
An_MMT	1,222
MMT	1,193
PANI_MMT_olej_S1_S	1,227
PANI_MMT_DOD_S1_S	1,279
PANI_MMT_PS_S1_S	1,275



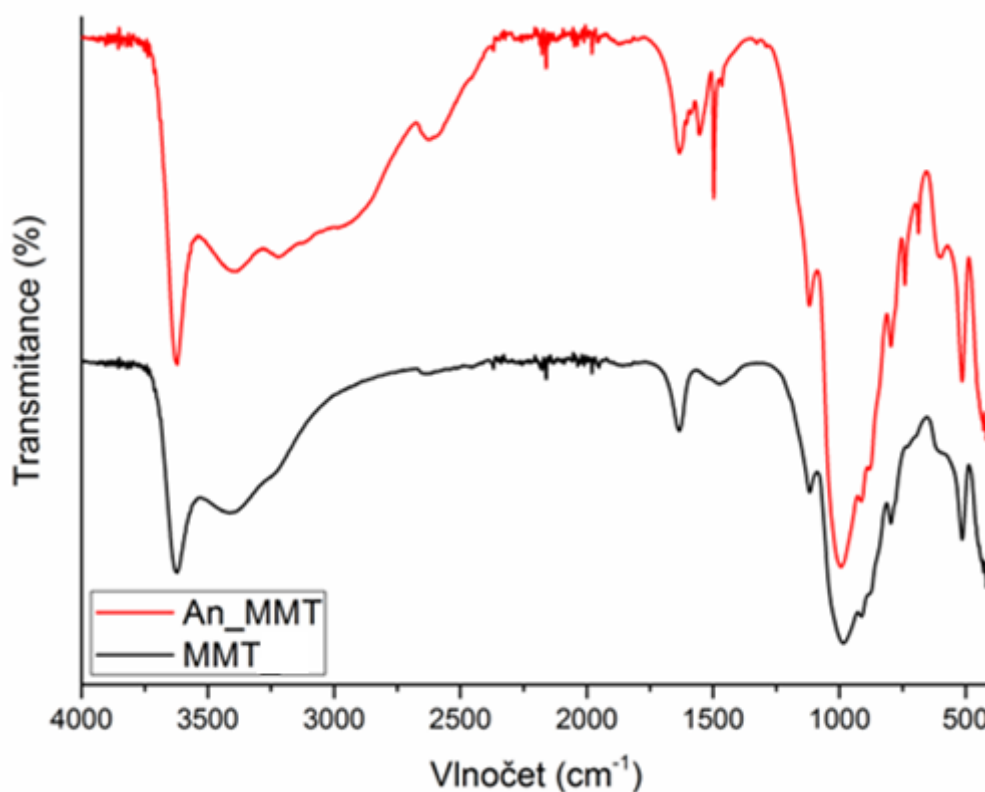
Obr. 27 XRD záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím vysušeného interkalátu An_MMT

4.2 Infračervená spektroskopie

Na Obr. 28 jsou srovnána IČ spektra An_MMT a práškového MMT.

Ve spektru MMT se objevují pásy pro tento jílový minerál typické. Pásky při vlnočtech 3621 a 912 cm^{-1} připadají vibraci Al-OH vazby, vlnočet 3416 cm^{-1} signalizuje přítomnost valenční vibrace OH v mezivrstvi MMT. Pásky při 1117 a 984 cm^{-1} připadají valenčním vibracím vazby Si-O a při 514 cm^{-1} se nachází pás vazby Si-O-Al. [35][36][37]

Ve spektru An_MMT jsou přítomny pásy MMT, což dokazuje přítomnost jílu ve vzorku. Spektrum ve vyšších vlnočtech nad 2500 cm^{-1} je mnohem více intenzivní a pásy jsou mnohem širší, což naznačuje, že nejen vibrace OH skupiny, ale také vibrace NH skupiny jsou zde přítomny. V oblasti pod 1800 cm^{-1} se objevují pásy 1586 (N-H), 1556 (C=C), 1497 (C=C), 880 (C-H), 741 (N-H), 687 (C-H) a 607 (C-N, C-H) cm^{-1} , které nebyly přítomny ve spektru MMT a odpovídají vibracím v anilinu. [38]



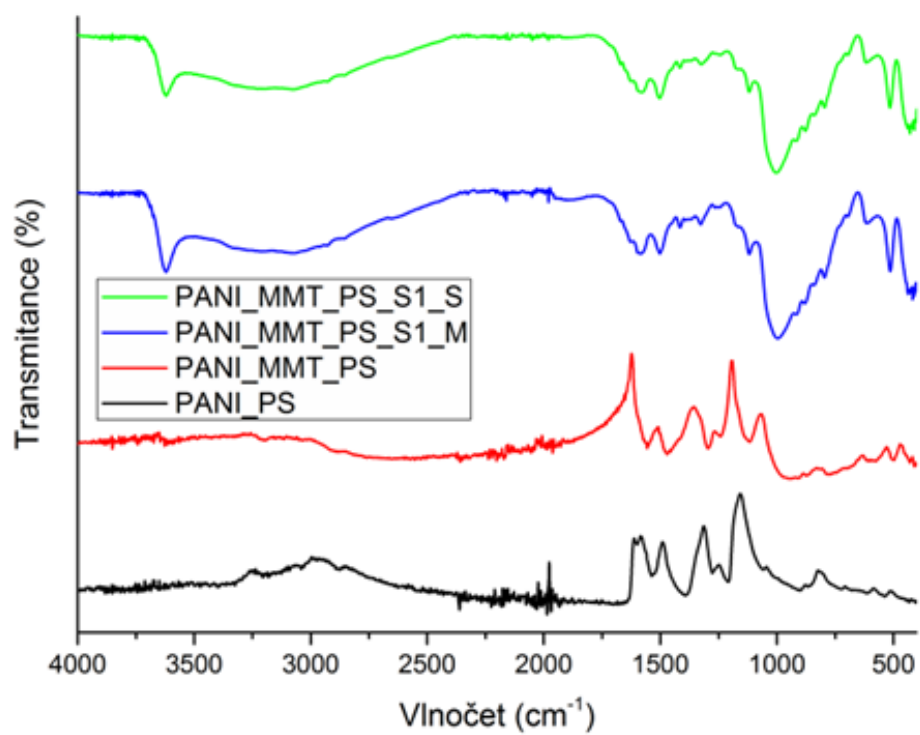
Obr. 28 IČ spektra An_MMT a MMT

Na Obr. 29 jsou srovnána IČ spektra čistého PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v polárním prostředí peroxodisíranu amonného.

Ve spektru PANI_PS se nachází pás při 3206 cm^{-1} , který odpovídá valenční vibraci N-H vazby, deformační vibraci N-H vazby poté odpovídá pás při 1209 cm^{-1} . Valenční vibraci C-C v chinonových a benzenových kruzích lze přiřadit k pásu při 1538 cm^{-1} . Ve spektru lze pozorovat také pásy valenční a deformační vibrace vazby C-N, a to při vlnočtech 1277 a 1391 cm^{-1} . Pásům 2872 a 902 cm^{-1} lze přiřadit valenční a deformační vibrace C-H vazby. [39][40][41][42]

Ve spektru kompozitu PANI_MMT_PS se objevují také charakteristické pásy PANI, ale pásy odpovídající přítomnosti MMT nejsou ve spektru téměř viditelné. Jelikož je přítomnost MMT ve vzorku prokázána RTG difrakční analýzou, toto naznačuje, že jílové částice jsou obaleny vrstvou PANI, která je natolik silná, že se pásy MMT ve spektrech neprojeví. Oproti PANI_PS jsou některé pásy posunuty, což bude způsobeno přítomností jílu.

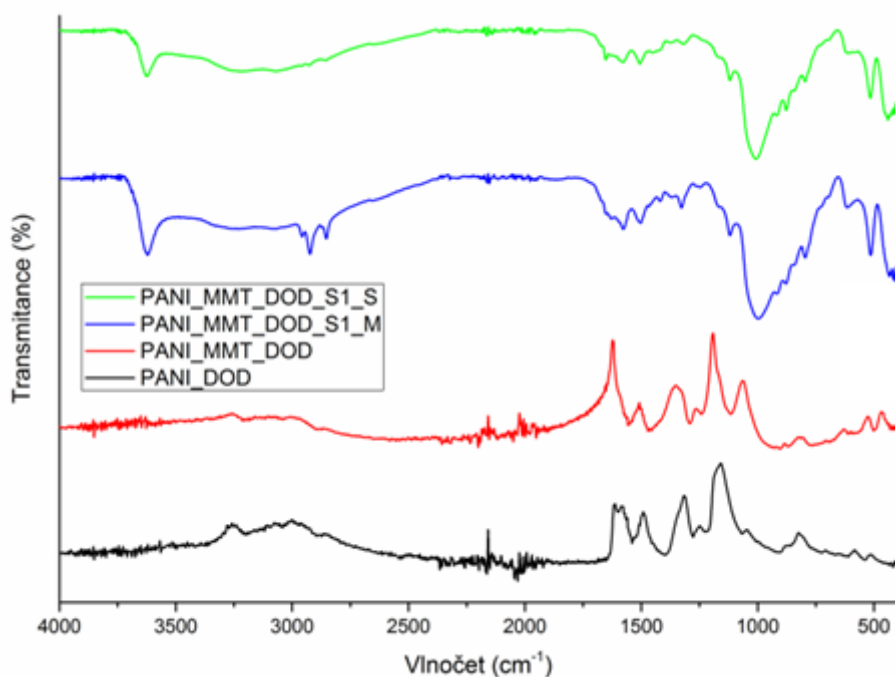
Spektra vzorků PANI_PS a PANI_MMT_PS jsou si tedy velmi podobná. Podobnost vykazují také spektra vzorků PANI_MMT_PS_S1_S a PANI_MMT_PS_S1_M, vlnočty jednotlivých pásů se liší jen nepatrně. Výrazně se zde objevují pásy charakteristické pro MMT a to 3621 , 1119 , 997 , 916 , 796 a 514 cm^{-1} (pásy jsou popsány výše u spektra MMT). V obou těchto spektrech se objevují pásy odpovídající valenčním vibracím C-H (~ 2930 a $\sim 2855\text{ cm}^{-1}$), které se ve spektru PANI běžně nevyskytují, tedy naznačují na přítomnost jiných organických molekul, které neodpovídají PANI. Přítomnost PANI je ve vzorku potvrzena pásy na pozicích ~ 1580 a 1503 cm^{-1} , tyto pásy jsou oproti pásům MMT velmi málo intenzivní, což by mohlo naznačovat majoritní přítomnost PANI řetězců v mezivrstvích.



Obr. 29 IČ spektrum PANI a spektra nanokompozitů PANI_MMT připravených v peroxodisíranu amonném

Na Obr. 30 jsou srovnána IČ spektra vzorků PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí dodekanu.

U těchto vzorků je vidět podobný charakter naměřených spekter, kdy vzorek PANI_DOD a PANI_MMT_DOD jsou si podobné a vzorky nanokompozitů PANI_MMT_S1_S a PANI_MMT_S1_M jsou si podobné. I zde u spekter nanokompozitů je přítomnost MMT z IČ spekter potvrzena jen pro vzorky PANI_MMT_S1_S a PANI_MMT_S1_M (viz předcházející popis), tedy u vzorku PANI_MMT_DOD mohou být částice jílu obaleny silnou vrstvou PANI. U vzorků PANI_MMT_S1_S a PANI_MMT_S1_M jsou také odlišnosti co se týká přítomnosti C-H vazeb (pod 3000 cm^{-1} , viz předcházející popis), kdy v případě vzorku PANI_MMT_S1_M jsou tyto pásy velmi intenzivní a ve spojení s pásem 1327 cm^{-1} odpovídají přítomnosti dodekanu ve vzorku. [43]

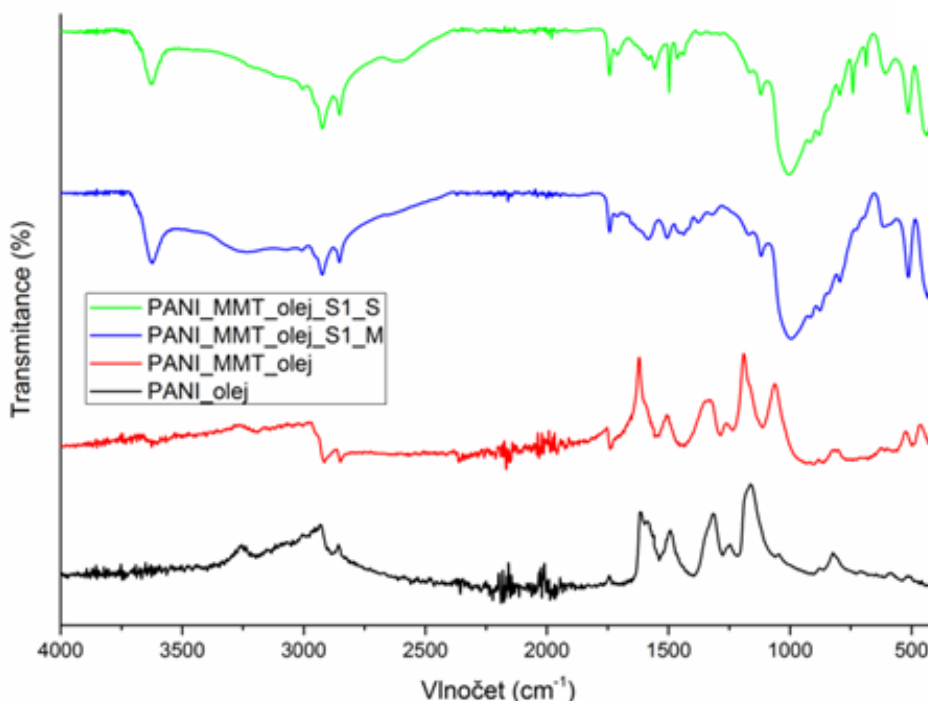


Obr. 30 IČ spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí dodekanu

Na Obr. 31 jsou srovnána IČ spektra vzorků PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje.

Spektrum čistého PANI připraveného v oleji je velmi podobné vzorku PANI připraveného v dodekanu. Ale ve vzorku PANI_MMT_olej jsou vidět charakteristické vibrace alifatických sloučenin (C-H vazby), které ve spojení s pásem na pozici 1739 cm^{-1} odpovídají přítomnosti methylesteru řepkového oleje, který se ze vzorku nepodařilo dostatečně vymýt. Přesto spektrum obsahuje pásy odpovídající PANI, a i v tomto případě není ze spektra potvrzena přítomnost MMT.

Nanokompozity PANI_MMT připravené dvoukrokovou metodou vykazují velmi podobná spektra. Obdobně jako u předchozích dvoukrokových nanokompozitů jsou zde vidět pásy charakteristické pro MMT. Ve spektru nanokompozitu PANI_MMT_S1_S lze také pozorovat výrazné pásy typické pro anilin, které jsou vidět ve spektru An_MMT a pásy odpovídající PANI ve spektru vidět nejsou. Z toho lze usoudit, že u tohoto vzorku nedošlo k úspěšné polymeraci anilinium-sulfátu v mezivrstvě MMT. U obou spekter jsou také pozorovány pásy v oblasti $2853\text{--}2954\text{ cm}^{-1}$ a pás 1742 cm^{-1} . Tyto pásy lze najít ve spektru methylesteru řepkového oleje, tedy i v tomto případě se nepodařilo olej vymýt. [44]



Obr. 31 IČ spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje

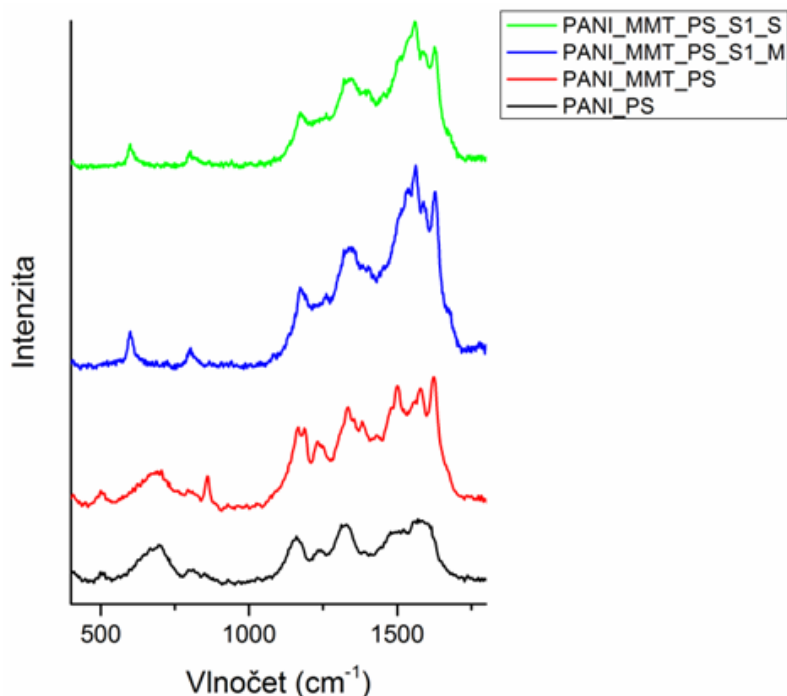
4.3 Ramanova spektroskopie

Ramanova spektra vzorků čistého PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v prostředí peroxodisíranu amonného jsou srovnány na Obr. 32.

Vzorek čistého PANI obsahuje charakteristické pásy vodivé formy PANI, kdy hlavním znakem je tzv. protonační pás ($C-N^{+\cdot}$) na pozici 1328 cm^{-1} a jeho intenzita vůči ostatním pásům ve spektru. Zbylé pásy odpovídají vazbám $C=C$ v chinonovém kruhu (1569 a 1523 cm^{-1}), $C-N$ v chinonovém a benzenovém kruhu (1242 cm^{-1}), $C-H$ v semichinonovém kruhu (1160 cm^{-1}) a různé deformační vibrace benzenových kruhů (814 cm^{-1}). [45]

V případě Ramanových spekter není možné určit přítomnost MMT ve vzorcích kvůli fluorescenci jílu. [46] Spektrum PANI_MMT_PS obsahuje oproti čistému PANI spektru další pásy, které odpovídají neprotonované verzi PANI (hlavně 1622 a 814 cm^{-1}). Jelikož je ve spektru protonační pás dosti intenzivní naznačuje to, že ve vzorku je jak vodivá, tak nevodivá forma PANI. [45]

V případě vzorků PANI_MMT_S1_S a PANI_MMT_S1_M jsou protonační pásy v obou případech málo intenzivní a obsahují pásy na $\sim 1625\text{ cm}^{-1}$ a 599 cm^{-1} (vibrace ve fenazinových jednotkách) jedná se pravděpodobně v obou případech o nevodivou formu PANI.

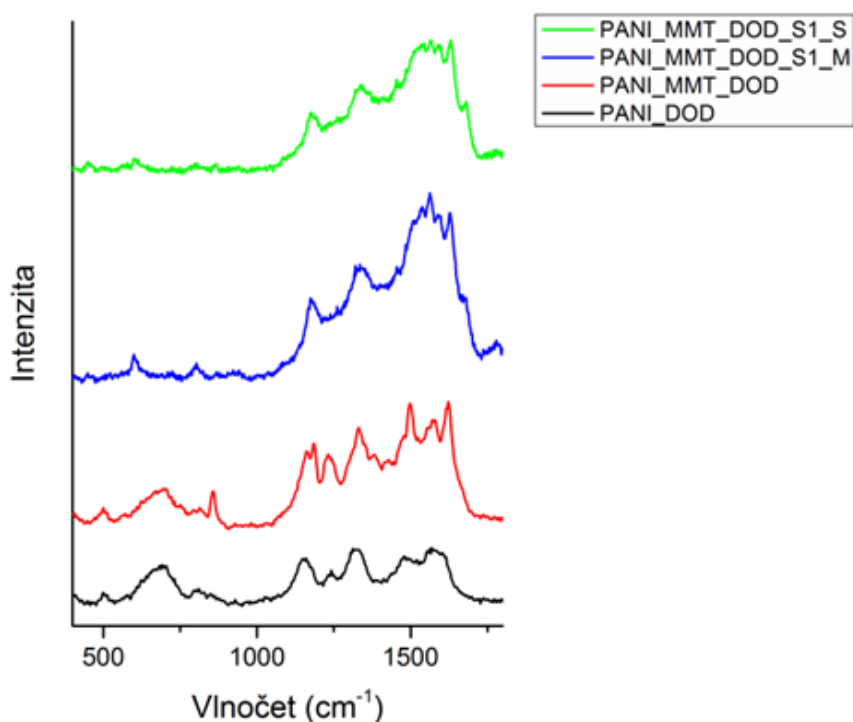


Obr. 32 Ramanova spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v prostředí peroxodisíranu amonného

Na Obr. 33 jsou srovnána spektra vzorků čistého PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí dodekanu.

Spektrum vzorku PANI_DOD je velmi podobné spektru PANI_PS, pásy charakteristické pro vodivou formu PANI jsou na podobných pozicích (viz předcházející popis). Spektrum nanokompozitu PANI_MMT_DOD je také podobné spektru nanokompozitu PANI_MMT_PS. Také zde se objevují pásy odpovídající neprotonované formě PANI. U vzorků PANI_MMT_S1_S a PANI_MMT_S1_M je protonační pás málo intenzivní a přítomnost dalších pásů, které se nevyskytují v spektru PANI_DOD, dokazují přítomnost nevodivé formy PANI.

Při srovnání všech spekter má spektrum vzorku PANI_DOD nejvyšší intenzitu protonačního pásu a ve vzorcích PANI_MMT_S1_S a PANI_MMT_S1_M intenzitu nejnižší.

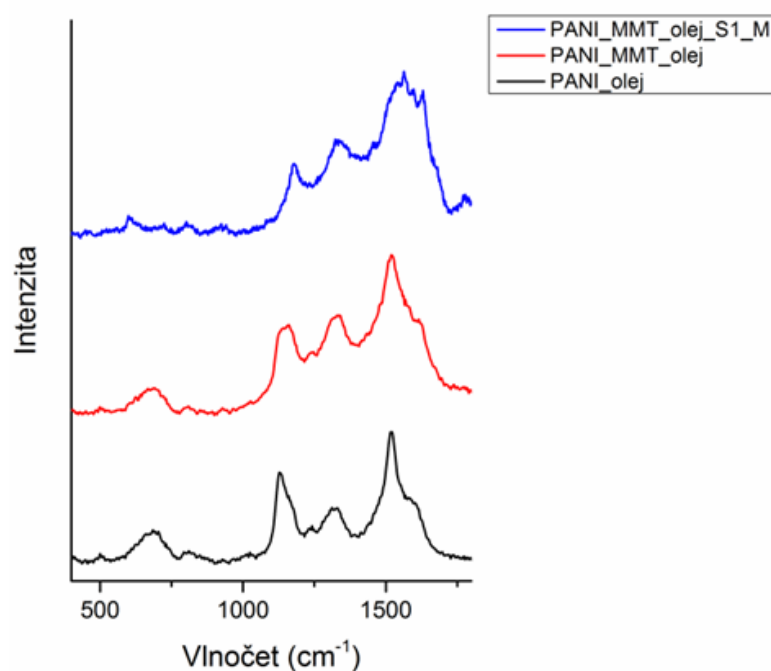


Obr. 33 Ramanova spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí dodekanu

Na Obr. 34 jsou srovnána spektra vzorků čistého PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje.

Z tvaru všech spekter lze konstatovat, že neodpovídají typickému PANI. Jen u vzorku PANI_MMT_S1_M tvar spektra odpovídá předešlým vzorkům, tedy odpovídá PANI. Intenzity protonačních pásů jsou ve všech případech nízké, což naznačuje, že v těchto vzorcích mohla vzniknout nevodivá forma PANI.

Při měření vzorku PANI_MMT_S1_S byla identifikována pouze fluorescence, toto koreluje s IČ analýzou, která prokázala, že nedošlo k polymeraci PANI a ve vzorku byl ve velké míře přítomen olej.



Obr. 34 Ramanova spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje

4.4 Elektrická vodivost

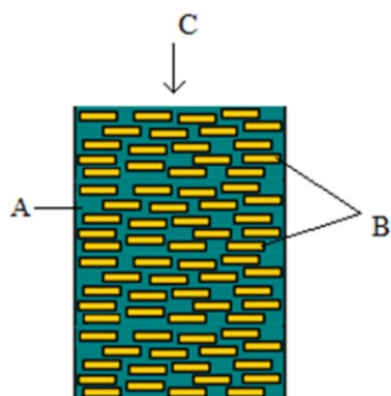
Vzorky nanokompozitů připravené oběma způsoby pomocí dvoukrokové metody nevykazovaly schopnost vést proud, což bylo způsobeno vznikem malého množství PANI v mezivrstevném prostoru MMT. Z výsledků Ramanovy spektroskopie vyplývá, že v těchto vzorcích došlo pravděpodobně ke vzniku nevodivé formy PANI.

V Tabulkách 14, 16 a 17 jsou uvedeny hodnoty měrných vodivostí vzorků připravených jedнокrokovou metodou, a to jak prášků, tak tablet. Hodnoty σ byly vypočteny dle vzorců uvedených v kapitole 2.6. U tablety PANI_olej se, i přes rozlomení tablety, podařilo vodivost změřit v obou směrech.

Z hodnot vodivostí čistých PANI práškových vzorků, uvedených v Tabulce 14, lze vidět, že nejvyšších vodivostí dosahoval vzorek připravený v oleji, a naopak nejnižší vodivost lze pozorovat u vzorku připraveného v polárním prostředí peroxodisíranu amonného. Stejný trend vykazovaly vzorky kompozitů, avšak hodnoty vodivostí byly v porovnání s vodivostmi čistých PANI vzorků nižší, jelikož při zatížení elektrod závažím došlo v kapiláře k uspořádání částic jílu (Obr. 35), které poté bránily průchodu elektrického proudu PANI řetězci.

Tabulka 14 Hodnoty pro výpočet vodivosti práškových vzorků; výsledné vodivosti

Vzorek	I (uA)	U (V)	l (10^{-3} m)	S (10^5 m ²)	σ (S/m)
PANI_PS	21584	1	4	1,207	7,154
PANI_DOD	28255	1	4	1,207	9,365
PANI_olej	45487	1	3	1,207	11,307
PANI_MMT_PS	4252	1	4	1,207	1,409
PANI_MMT_DOD	9592	1	4	1,207	3,179
PANI_MMT_olej	20021	1	3	1,207	4,977



Obr. 35 Uspořádání částic jílu v kapiláře; A – PANI, B – částice jílu, C – směr průchodu elektrického proudu

Tabulka 15 Rozměry jednotlivých tablet

Vzorek	Délka hrany I. (10^{-3} m)	Délka hrany II. (10^{-3} m)	Tloušťka (10^{-3} m)
PANI_PS	28	28	5
PANI_DOD	28	11	4
PANI_olej	28	11	2
PANI_MMT_PS	28	28	3
PANI_MMT_DOD	28	28	3
PANI_MMT_olej	28	28	2

Tabulka 15 obsahuje rozměry jednotlivých tablet potřebných k výpočtu plochy elektrod. V Tabulce 16 jsou poté uvedeny hodnoty měrných elektrických vodivostí tablet měřených ve směru kolmém na směr lisování σ_{\perp} . Nejvyšších hodnot vodivostí dosahovaly vzorky připravené v oleji, a to jak čisté PANI, tak kompozity PANI/MMT.

Při porovnání měrných elektrických vodivostí čistých PANI vzorků, vykazoval nejvyšší hodnoty vzorek připravený v oleji. Naopak nejnižší hodnotu měl vzorek připravený v peroxodisíranu amonném. U vodivostí kompozitů PANI/MMT byl trend stejný, a to takový, že vzorek PANI/MMT připravený v oleji vykazoval nejvyšší hodnotu a vzorek připravený v peroxodisíranu amonném měl hodnotu nejnižší.

Pokud porovnáme hodnoty vodivostí čistých PANI vzorků a kompozitů PANI/MMT, tak kompozity mají vodivosti o jeden až dva řády nižší.

Tabulka 16 Hodnoty pro výpočet vodivosti tablet ve směru kolmém na směr lisování σ_{\perp} ; výsledné vodivosti

Vzorek	I (uA)	U (V)	l (10^{-3} m)	S (10^{-5} m ²)	σ_{\perp} (S/m)
PANI_PS	14803	0,1	28	14	29,606
PANI_DOD	20857	0,1	28	4,4	132,726
PANI_olej	13381	0,1	28	2,2	170,304
PANI_MMT_PS	5808	1	28	8,4	1,936
PANI_MMT_DOD	18928	1	28	8,4	6,309
PANI_MMT_olej	23432	1	28	5,6	11,716

Tabulka 17 obsahuje hodnoty měrných elektrických vodivostí tablet měřených ve směru rovnoběžném se směrem lisování σ_{\parallel} . V porovnání s hodnotami v Tabulce 16 jsou hodnoty o 1 až 2 řády nižší. Nižší hodnoty vodivosti zde byly způsobeny specifickým uspořádáním PANI řetězců a jílových částic při slisování tablety stejně jako u práškových vzorků měřených v kapiláře (Obr. 35).

Tabulka 17 Hodnoty pro výpočet vodivosti tablet ve směru rovnoběžném se směrem lisování σ_{\parallel} ; výsledné vodivosti

Vzorek	I (uA)	U (V)	l (10^{-3} m)	S (10^{-5} m ²)	σ_{\parallel} (S/m)
PANI_PS	18636	0,1	5	78,4	1,189
PANI_DOD	22231	0,1	4	30,8	2,887
PANI_olej	35316	0,1	2	30,8	2,293
PANI_MMT_PS	5319	1	3	78,4	0,020
PANI_MMT_DOD	19832	1	3	78,4	0,076
PANI_MMT_olej	44398	1	2	78,4	0,113

4.5 Anizotropie elektrické vodivosti tablet

Při porovnání hodnot vodivosti, měřených ve dvou směrech, lze mezi jednotlivými směry vidět poměrně velké rozdíly. Z tohoto důvodu byl pro všechny tablety vypočten faktor anizotropie α , jehož hodnota tento rozdíl popisuje. Hodnoty anizotropního faktoru α jsou uvedeny v Tabulce 18. Nejvyšší hodnoty α dosahoval vzorek PANI_MMT_olej, naopak hodnotu nejnižší vykazoval vzorek PANI_PS.

Tabulka 18 Hodnoty pro výpočet anizotropního faktoru; výsledný faktor

Vzorek	σ_{\parallel} (S/m)	σ_{\perp} (S/m)	α
PANI_PS	29,606	1,189	24,9
PANI_DOD	132,726	2,887	45,9
PANI_olej	170,304	2,293	74,3
PANI_MMT_PS	1,936	0,020	95,1
PANI_MMT_DOD	6,309	0,076	83,1
PANI_MMT_olej	11,716	0,113	103,4

5 ZÁVĚR

Záměrem této práce bylo sledování závislosti elektrické vodivosti vzorků čistého polyanilinu a nanokompozitů polyanilin/montmorillonit na prostředí, ve kterém byly vzorky připraveny (polární – peroxodisíran amonný a nepolární – dodekan a methylester řepkového oleje). Vzorky byly připraveny dvěma metodami – jednokrokovou a dvoukrokovou. Jednokrokovou metodou byly připraveny práškové vzorky PANI_PS, PANI_DOD, PANI_olej a nanokompozity PANI_MMT_PS, PANI_MMT_DOD a PANI_MMT_olej. Dvoukrokovou metodou byly připraveny práškové nanokompozity PANI_MMT_PS_S, PANI_MMT_DOD_S, PANI_MMT_olej_S a PANI_MMT_PS_M, PANI_MMT_DOD_M a PANI_MMT_olej_M. Z každého vzorku byla také vytvořena jedna tableta.

Práškové vzorky byly charakterizovány těmito metodami – XRD, IČ spektroskopií a Ramanovou spektroskopií.

XRD analýzou byly zjištěny mezivrstevné vzdálenosti d_{001} , které potvrdily, že u všech vzorků došlo k interkalaci PANI řetězců do mezivrstev MMT. Nejvyšší hodnotu d_{001} vykazuje vzorek PANI_MMT_olej (1,370 nm) a hodnotu nejnižší má vzorek PANI_MMT_olej_S1_S (1,227 nm), která je téměř srovnatelná s hodnotou d_{001} pro An_MMT (1,222 nm).

IČ spektra vzorků PANI_PS, PANI_DOD, PANI_olej a nanokompozitů PANI_MMT_PS, PANI_MMT_DOD a PANI_MMT_olej obsahují charakteristické pásy PANI, ale pásy charakteristické pro MMT ve spektrech vidět nejsou. Přítomnost MMT je však potvrzena XRD analýzou, což naznačuje, že částice jílu jsou obaleny silnou vrstvou PANI, kvůli které se pásy MMT ve spektrech neprojevují.

V IČ spektrech nanokompozitů PANI_MMT_PS_S, PANI_MMT_DOD_S, PANI_MMT_olej_S a PANI_MMT_PS_M, PANI_MMT_DOD_M a PANI_MMT_olej_M jsou naopak převážně vidět pásy charakteristické pro MMT a pásy charakteristické pro PANI jsou málo intenzivní. Toto by mohlo naznačovat malé množství vzniklých PANI řetězců, které jsou přítomny v mezivrstev MMT.

Ramanovou spektroskopií byl u vzorků PANI_PS, PANI_DOD, PANI_MMT_PS a PANI_MMT_DOD potvrzen intenzivní tzv. protonační pás, který dokazuje přítomnost vodivé formy PANI. U ostatních vzorků je intenzita protonačního pásu nízká, tedy zde pravděpodobně vznikla nevodivá forma PANI.

U všech práškových vzorků byla sedm dní po přípravě změřena elektrická vodivost. Elektrickou vodivost vykazovaly pouze vzorky PANI_PS, PANI_DOD, PANI_olej a

nanokompozity PANI_MMT_PS, PANI_MMT_DOD a PANI_MMT_olej. Ostatní vzorky schopnost vést elektrický proud nevykazovaly. Z práškových vzorků čistých PANI měl nejvyšší vodivost PANI_olej (11,307 S/m) a z nanokompozitů měl nejvyšší vodivost vzorek PANI_MMT_olej (4,977 S/m). Výsledky Ramanovy spektroskopie však u těchto vzorků prokázaly velmi nízkou intenzitu protonačního pásu, a tudíž jsou v rozporu s výsledky elektrické vodivosti. Pokud tedy tyto dva vynecháme, tak ze zbylých vodivých práškových vzorků měl vyšší vodivost vzorek PANI_DOD (9,365 S/m) a nanokompozit PANI_MMT_DOD (3,179 S/m).

Elektrická vodivost byla změřena také u tablet, a to ve směru kolmém na směr lisování a rovnoběžném se směrem lisování. Po opětovném vynechání hodnot vzorků PANI_olej (170,304 S/m) a PANI_MMT_olej (11,716 S/m), jejichž hodnoty elektrických vodivostí nejsou v souladu s výsledky Ramanovy spektroskopie, měl nejvyšší vodivost ve směru kolmém vzorek PANI_DOD (132,726 S/m) a PANI_MMT_DOD (6,309 S/m). Ve směru rovnoběžném nejvyšší hodnoty vykazovaly opět vzorky PANI_DOD (2,887 S/m) a PANI_MMT_DOD (0,076 S/m).

Pro vodivost tablet byl vypočten faktor anizotropie α . Nejvyšší hodnotu anizotropie měl vzorek PANI_MMT_olej (103,4) a hodnotu nejnižší měl PANI_PS (24,9).

Z výsledků tedy vyplývá, že z hlediska elektrické vodivosti je nejlepší nanokompozit PANI_MMT připravený v nepolárním prostředí dodekanu.

6 LITERATURA

1. **DUCHÁČEK, Vratislav.** *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Vyd. 3., přeprac. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2011. ISBN 978-80-7080-788-0.
2. **STEJSKAL, Jaroslav.** *Polyanilin: vodivý polymer*. Ústav makromolekulární chemie Akademie věd ČR, 2006.
3. **JAN, Prokeš, Stejskal JAROSLAV a Omastková MÁRIA.** POLYANILIN A POLYPYRROL – DVA PŘEDSTAVITELÉ VODIVÝCH POLYMERŮ. *Chemické listy* [online]. 2001, 484-492. Dostupné z: <http://w.chemicke-listy.cz/docs/full/archiv/2001/08-PDF/484-492.pdf>
4. *Emeraldine* [online]. Dostupné z: <https://www.thefreedictionary.com/Emeraldine>
5. **Gabriela, BRONCOVÁ, Tatiana V. SHISHKANOVA, KRONĎÁK Martin, VOLF Radko a KRÁL Vladimír.** Potenciometrické senzory založené na vodivých polymerech: příprava, mechanismus odezvy a aplikace. *Chemické listy* [online]. 2009, (103), 795-799. Dostupné z: http://www.chemicke-listy.cz/docs/full/2009_10_795-799.pdf
6. **M. PERÉZ-MADRIGAL, Maria, Carlos ALEMÁN, Luis J. DL VALLE a Jordi PUIGGALI.** Nanomembranes and Nanofibers from Biodegradable Conducting Polymers. *Polymers* [online]. 2013, [5], 1115-1157. Dostupné z: doi:10.3390/polym5031115
7. **F. BLEAM, William.** Chapter 3 - Clay Mineralogy and Clay Chemistry. *Soil and Environmental Chemistry* [online]. 2012, 85-116. Dostupné z: <http://doi.org/10.1016/B978-0-12-415797-2.00003-0>
8. **E. GRIMM, Ralph a Hideomi KODAMA.** Clay mineral. *Britannica* [online]. Dostupné z: <https://www.britannica.com/science/clay-mineral#ref80125>
9. **MELKA, Karel a Martin ŠŤASTNÝ.** *Encyklopedický přehled jílových a příbuzných minerálů*. ACADEMIA, 2014. ISBN 978-80-200-2369-8.
10. **VÁVRA, Václav a Zdeněk LOSOS.** *Fylosilikáty* [online]. Dostupné z: http://mineralogie.sci.muni.cz/kap_7_13_fylosil/kap_7_13_fylosil.htm

11. **H. MURRAY, Haydn.** Chapter 2: Structure and Composition of the Clay Minerals and their Physical and Chemical Properties. *Applied Clay Mineralogy* [online]. 2006, 7-31. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S1572-4352\(06\)02002-2](https://doi.org/10.1016/S1572-4352(06)02002-2)
12. **WEISS, Zdeněk a Miloš KUŽVART.** *Jílové minerály: jejich nanostruktura a využití.* Praha: Karolinum, 2005. ISBN 80-246-0868-5.
13. **SHUNMUGASAMY, Vasanth Chakravarthy, Chongen XIANG a Nikhil GUPTA.** Clay/Polymer Nanocomposites: Processing, Properties, and Applications. *Hybrid and Hierarchical Composite Materials* [online]. 2015, 161-200. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-12868-9_5
14. **RICHTER, Rostislav.** *Jílové minerály* [online]. Brno, 2004. Dostupné z: http://web2.mendelu.cz/af_221_multitext/vyziva_rostlin/html/agrochemie_pudy/jilove_minerally.htm
15. **TREPTE, Andreas.** Montmorillonite. In: *WIKIMEDIA COMMONS* [online]. 2007. Dostupné z: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Montmorillonite-en.svg>
16. **UDIN, Faheem.** *Montmorillonite: An Introduction to Properties and Utilization* [online]. 2018. Dostupné z: <https://www.intechopen.com/books/current-topics-in-the-utilization-of-clay-in-industrial-and-medical-applications/montmorillonite-an-introduction-to-properties-and-utilization>
17. **VALAPA, Ravi Babu, Sravanthi LOGANATHAN, G. PUGAZHENTHI, Sabu THOMAS a T.O. VARGHESE.** An Overview of Polymer/Clay Nanocomposites. *Clay-Polymer nanocomposites* [online]. 2017, 29-81. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46153-5.00002-1>
18. **PARK, Ju-Hwan, Hyeon-Jong SHIN, Min Hwan KIM, et al.** Application of montmorillonite in bentonite as a pharmaceutical excipient in drug delivery systems. *Journal of Pharmaceutical Investigation* [online]. 2016, (46), 363-375. Dostupné z: doi:10.1007/s40005-016-0258-8
19. **BERGAYA, Faïza, Christian DETELLIER, Jean François LAMBERT a Gerhard LAGALY.** Chapter 13.0 - Introduction to Clay-Polymer Nanocomposites (CPN). *Developments in Clay Science* [online]. 2013, [5], 655-677. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-098258-8.00020-1>

20. **MADHAVI, Blr a Chandran PAVAN.** Nanocomposites: - A Recent Overview. *Global Journal of Medical Research* [online]. 2020. Dostupné z: doi: 10.34257/GJMRBVOL20IS7PG9
21. *Nanokompozity na bázi polymer/jíl* [online]. Dostupné z: <http://ufmi.ft.utb.cz/texty/nano/nano6.pdf>
22. **VALAPA, Ravi Babu, Sravanthi LOGANATHAN, G. PUGAZHENTHI, Sabu THOMAS a T.O. VARGHESE.** An Overview of Polymer/Clay Nanocomposites. *Clay-Polymer nanocomposites* [online]. 2017, 29-81. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46153-5.00002-1>
23. **KIM, J.W., F. LIU, H.J. CHOI, S.H. HONG a J. JOO.** Intercalated polypyrrole/Naþ-montmorillonite nanocomposite via an inverted emulsion pathway method. *Polymer* [online]. 2003, (44), 289-293. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(02\)00749-8](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(02)00749-8)
24. **ANADÃO, Priscila.** Polymer/ Clay Nanocomposites: Concepts, Researches, Applications and Trends for The Future. In: *Nanocomposites – New Trends and Developments* [online]. 2012. Dostupné z: doi:10.5772/50407
25. **AMARI, Abdelfattah, Fatimah Mohammed ALZHRANI, Khadijah Mohammedsaleh KATUBI, Norah Salem ALSAIARI, Mohamed A. TAHOON a Faouzi Ben REBAH.** Clay-Polymer Nanocomposites: Preparations and Utilization for Pollutants Removal. *Materials* [online]. 2021, (14), 1-21. Dostupné z: <https://doi.org/10.3390/ma14061365>
26. **MORGAN, Alexander B.** Polymer-Clay Nanocomposites: Design and Application of Multi-Functional Materials. *Material Matters* [online]. 2011, (2), 1-6. Dostupné z: <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/material-matters/polymer-clay-nanocomposites.html>
27. **L. DUTROW, Barbara a Christine M. CLARK.** X-ray Powder Diffraction (XRD). *Geochemical Instrumentation and Analysis* [online]. Dostupné z: https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/XRD.html

28. **KRATOCHVÍL, Bohumil, Michal HUŠÁK, Jiří BRYNDA a Juraj SEDLÁČEK.** CO NABÍZÍ SOUČASNÁ RTG STRUKTURNÍ ANALÝZA? *Chemické listy* [online]. 2008, (102), 889-901. Dostupné z: http://w.chemicke-listy.cz/docs/full/2008_10_889-901.pdf
29. **KLIKA, Zdeněk, Michal RITZ a Soňa ŠTUDENTOVÁ.** *TEXTURNÍ A STRUKTURNÍ ANALÝZA*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2013.
30. **PRAUS, Petr a Jiřina VONTOROVÁ.** *Analytická chemie II*. Ostrava, 2015. ISBN 978-80-248-3734-5.
31. **TOKARSKÝ, Jonáš, Petra VILÍMOVÁ, Pavlína PEIKERTOVÁ, Kateřina MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ a Lenka KULHÁNKOVÁ.** Stevensite-Rich Moroccan Clay Intercalated by Polypyrrole: Towards the Enhancement of Electrical Conductivity. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* [online]. 2018, (18), 1-12. Dostupné z: doi:doi:10.1166/jnn.2018.15875
32. **TOKARSKÝ, Jonáš, Lenka KULHÁNKOVÁ, Vítězslav STÝSKALA, Kateřina MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ, Lucie NEUWIRTHOVÁ a Pavla ČAPKOVÁ.** High electrical anisotropy in hydrochloric acid doped polyaniline/ phyllosilicate nanocomposites: Effect of phyllosilicate matrix, synthesis pathway and pressure. *Applied Clay Science* [online]. 2012, 126-132. Dostupné z: doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2013.06.029
33. **TOKARSKÝ, Jonáš, Pavlína PEIKERTOVÁ, Lenka KULHÁNKOVÁ, Kateřina Mamulová KUTLÁKOVÁ, Lucie NEUWIRTHOVÁ, Vlastimil MATĚJKA, Vítězslav STÝSKALA a Pavla ČAPKOVÁ.** Functional nanostructures of montmorillonite with conducting polyaniline. *Clay Minerals* [online]. 2015, **50**(3), 341-351. ISSN 0009-8558. Dostupné z: doi:10.1180/claymin.2015.050.3.07
34. **Čapková, P., Burda, J. V., Weiss, Z., and Schenk, H.,** Modelling of Aniline-Vermiculite and Tetramethylammonium-Vermiculite; Test of Force Fields., *J. Mol. Model.*, **5**, 8-16, 1999. P.

35. **KULHÁNKOVÁ, Lenka, Jonáš TOKARSKÝ, Pavlína PEIKERTOVÁ, Kateřina MAMULOVÁ KUTLÁKOVÁ, Lubomír IVÁNEK a Pavla ČAPKOVÁ.** Montmorillonite intercalated by conducting polyanilines. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* [online]. 2012, (73), 1530-1533. Dostupné z: doi:10.1016/j.jpcs.2011.11.043

36. **MANAF, A., A. BIMANTORO a M.A.E HAFIZAH.** Synthesis and microwave characterization of conductive polyaniline prepared by continuous polymerization process. *Innovation in Polymer Science and Technology* [online]. 2017. Dostupné z: doi:10.1088/1757-899X/223/1/012051

37. **M. DO NASCIMENTO, Gustavo, Vera R. L. CONSTANTINO, Richard LANDERS a Marcia L. A. TEMPERINI.** Aniline Polymerization into Montmorillonite Clay: A Spectroscopic Investigation of the Intercalated Conducting Polymer. *Macromolecules* [online]. 2004, 9373-9385 [cit. 2021-03-05]. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1021/ma049054

38. **ZHU, Haihua, Shunjin PENG a Weijie JIANG.** Electrochemical Properties of PANI as Single Electrode of Electrochemical Capacitors in Acid Electrolytes. *The Scientific World Journal* [online]. 2013, **2013**, 1-8. ISSN 1537-744X. Dostupné z: doi:10.1155/2013/940153

39. **BUTOI, Bogdan, Andreea GROZA, Paul DINCA, Adriana BALAN a Valentin BARNA.** Morphological and Structural Analysis of Polyaniline and Poly(o-anisidine) Layers Generated in a DC Glow Discharge Plasma by Using an Oblique Angle Electrode Deposition Configuration. *Polymers* [online]. 2017, (9), 1-18. Dostupné z: <https://doi.org/10.3390/polym9120732>

40. **ZHU, Haihua, Shunjin PENG a Weijie JIANG.** Electrochemical Properties of PANI as Single Electrode of Electrochemical Capacitors in Acid Electrolytes. *The Scientific World Journal* [online]. 2013. Dostupné z: <https://doi.org/10.1155/2013/940153>

41. **PRADEEP, Kumar Upadhyay a Ahmad AFAQ.** CHEMICAL SYNTHESIS, SPECTRAL CHARACTERIZATION AND STABILITY OF SOME ELECTRICALLY CONDUCTING POLYMERS. *Chinese Journal of Polymer Science* [online]. 2010, (2), 191-197. Dostupné z: doi:10.1007/s10118-010-9004-2
42. **A. KUESTAN, Ibrahim.** Synthesis and characterization of polyaniline and poly(aniline-co-o-nitroaniline) using vibrational spectroscopy. *Arabian Journal of Chemistry* [online]. 2017, (10), S2668-S2674. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.10.010>
43. **LINEHAN, Keith a Hugh DOYLE.** Efficient one-pot synthesis of highly monodisperse carbon quantum dots. *RSC Adv* [online]. 2014, 4(1), 18-21. ISSN 2046-2069. Dostupné z: doi:10.1039/c3ra45083j
44. **DUBEY, Pallavi, Pradeep SHARMA a Vineet KUMAR.** FTIR and GC–MS spectral datasets of wax from *Pinus roxburghii* Sarg. needles biomass. *Data in Brief* [online]. 2017, 15, 615-622. ISSN 23523409. Dostupné z: doi:10.1016/j.dib.2017.09.074
45. **ŠEDĚŇKOVÁ, Ivana, Miroslava TRCHOVÁ a Jaroslav STEJSKAL.** Thermal degradation of polyaniline films prepared in solutions of strong and weak acids and in water – FTIR and Raman spectroscopic studies. *Polymer Degradation and Stability* [online]. 2008, (93), 2147-2157. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2008.08.007>
46. **FROST, Ray L. a Llew RINTOUL.** Lattice vibrations of montmorillonite: an FT Raman and X-ray diffraction study. *Applied Clay Science* [online]. 1996, (11), 171-183. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(96\)00017-8](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(96)00017-8)

7 SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Elektrické vodivosti vybraných anorganických látek a organických polymerů; převzato z [2]	- 9 -
Obr. 2 Formy PANI, převzato z [4].....	- 10 -
Obr. 3 Molekula tetraedru (vlevo) a oktaedru (vpravo).....	- 12 -
Obr. 4 Hexagonální síť tvořená tetraedry	- 13 -
Obr. 5 Uspořádání vrstev typu 1:1; žlutá vrstva – tetraedry, zelená vrstva – oktaedry	- 13 -
Obr. 6 Uspořádání vrstev typu 2:1; žlutá vrstva – tetraedry, zelená vrstva – oktaedry	- 13 -
Obr. 7 Struktura MMT, převzato z [15] a upraveno	- 15 -
Obr. 8 A) vrstvy jílového minerálu, B) polymer.....	- 16 -
Obr. 9 Interkalace	- 17 -
Obr. 10 Exfoliace	- 17 -
Obr. 11 Fázově oddělený mikrokompozit	- 18 -
Obr. 12 Stolní hydraulický lis; popis: A – podložka, B – lisovací píst, C – tlakoměr, D – ruční pumpa	- 29 -
Obr. 13 Lisovací matrice	- 30 -
Obr. 14 Aparatura pro měření vodivosti práškových vzorků; 1 – práškový vzorek, 2 – měděné elektrody, 3 – izolační podložka, 4 – závaží, 5 – měřicí karta, 6 – PC, 7 – zdroj napětí; převzato z [31]	- 32 -
Obr. 15 Aparatura pro měření vodivosti tablet; A – tableta, B – Cu elektrody, C – izolační podložka, D – závaží, E – měkká podložka, F – měřicí karta, G – PC; převzato z [32].....	- 33 -
Obr. 16 Znázornění směru měření vodivosti tablet; σ_{\perp} – směr rovnoběžný se směrem lisování; σ_{\parallel} – směr kolmý na směr lisování; převzato z [33]	- 33 -
Obr. 17 Práškový difraktometr Miniflex600 Rigaku	- 34 -
Obr. 18 FTIR spektrometr Nicolet 6700.....	- 35 -
Obr. 19 Ramanův mikroskop XploRA™ (HORIBA Jobin Yvon)	- 35 -
Obr. 20 Porovnání průběhů (001) difrakční linie montmorillonitu	- 36 -
Obr. 21 Příklad uspořádání mezivrstevního prostoru v interkalované struktuře anilinium/vermikulit, převzato z [34]	- 37 -
Obr. 22 XRD záznam An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů PANI_MMT_PS	- 38 -

Obr. 23 XRD záznam An_MMT, čistého MMT, čistého PANI_DOD a nanokompozitů PANI_MMT_DOD.....	- 39 -
Obr. 24 XRD záznam An_MMT, čistého MMT, čistého PANI_olej a nanokompozitů PANI_MMT_olej.....	- 40 -
Obr. 25 XRD záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených jedнокrokovou metodou.....	- 41 -
Obr. 26 XRD záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím nevysušeného interkalátu An_MMT.	- 42 -
Obr. 27 XRD záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím vysušeného interkalátu An_MMT.....	- 43 -
Obr. 28 IČ spektra An_MMT a MMT.....	- 44 -
Obr. 29 IČ spektrum PANI a spektra nanokompozitů PANI_MMT připravených v peroxodisíranu amonném.....	- 46 -
Obr. 30 IČ spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí dodekanu.....	- 47 -
Obr. 31 IČ spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje.....	- 48 -
Obr. 32 Ramanova spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v prostředí peroxodisíranu amonného	- 49 -
Obr. 33 Ramanova spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí dodekanu.....	- 50 -
Obr. 34 Ramanova spektra PANI a nanokompozitů PANI_MMT připravených v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje.....	- 51 -
Obr. 35 Uspořádání částic jílu v kapiláře; A – PANI, B – částice jílu, C – směr průchodu elektrického proudu	- 53 -

8 SEZNAM TABULEK

Tabulka 1 Přehled kompozitů připravených jednokrokovou metodou + výtěžky.....	25 -
Tabulka 2 Přehled výtěžků vysušených interkalátů An_MMT + výtěžky výsledných vzorků připravených dvoukrokovou metodou v nepolárním prostředí dodekanu	26 -
Tabulka 3 Přehled výtěžků vysušených interkalátů An_MMT + výtěžky výsledných vzorků připravených dvoukrokovou metodou ve vodném prostředí peroxodisíranu amonného.....	27 -
Tabulka 4 Přehled výtěžků vysušených interkalátů An_MMT + výtěžky výsledných vzorků připravených dvoukrokovou metodou v nepolárním prostředí methylesteru řepkového oleje ...	27 -
Tabulka 5 Přehled vzorků čistého PANI připraveného v peroxodisíranu amonném, dodekanu a methylesteru řepkového oleje	28 -
Tabulka 6 Navážky práškových vzorků připravených jednokrokovou metodou; hmotnosti výsledných tablet	30 -
Tabulka 7 Navážky práškových vzorků připravených dvoukrokovou metodou; hmotnosti výsledných tablet	31 -
Tabulka 8 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností MMT, An_MMT a tří kompozitů PANI_MMT_PS.....	38 -
Tabulka 9 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností MMT, An_MMT a třech kompozitů PANI_MMT_DOD.....	39 -
Tabulka 10 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností MMT, An_MMT a tří kompozitů PANI_MMT_olej.	40 -
Tabulka 11 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených jednokrokovou metodou.	41 -
Tabulka 12 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností záznamy An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím nevysušeného interkalátu An_MMT.	42 -
Tabulka 13 Hodnoty mezivrstevních vzdáleností An_MMT, čistého MMT a nanokompozitů připravených dvoukrokovou metodou s použitím vysušeného interkalátu An_MMT.....	43 -
Tabulka 14 Hodnoty pro výpočet vodivosti práškových vzorků; výsledné vodivosti.....	52 -
Tabulka 15 Rozměry jednotlivých tablet.....	53 -
Tabulka 16 Hodnoty pro výpočet vodivosti tablet ve směru kolmém na směr lisování $\sigma =$; výsledné vodivosti.....	54 -

Tabulka 17 Hodnoty pro výpočet vodivosti tablet ve směru rovnoběžném se směrem lisování $\sigma \perp$; výsledné vodivosti.....	- 54 -
Tabulka 18 Hodnoty pro výpočet anizotropního faktoru; výsledný faktor	- 55 -